Annexe 1

Fertial les fertilisants d'Algérie	Fiches des spécifications des produits finis

Usine de fabrication : FERTIAL d'Arzew

Produit : Nitrate d'ammonium calcique à 27%N (CAN27)

Spécification	**valeurs**	**tolérance**	**unités**
Azote total(N)	27.0	0.8	%
Azote nitrique (N)	13.5	0.4	%
Azote ammoniacal (N)	13.5	0.4	%
Calcium total (CaO)	7.0	0.9	%
Magnésium total (MgO)	3.0	0.75	%
Granulométrie :			
>5mm	1.0	maximum	%
1 à 5mm	95.0	minimum	%
<1mm	4.0	maximum	%
Humidité	0. 30	maximum	%
Densité	0.95	minimum	Kg/dm^3

Usine de fabrication : FERTIAL d'Arzew

Groupe : produits industriels

Produit : Ammoniac

Spécifications	valeur	tolérance	unités
Concentrations	99.5	minimum	%
Huile	15	maximum	ppm
Humidité	0.5	maximum	%

Produit : Acide nitrique

Spécifications	valeur	tolérance	unités
Concentration	52 - 61		%
Chlorure	10	maximum	ppm
Densité apparente à 20 °C	1,32 – 1,38		Kg /dm3

Annexe 2

Fertial **Des fertilisants d'Algérie**	Fiches des spécifications des matières premières et auxiliaires

Produit : dolomite

Spécifications	**valeurs**	**tolérance**	**unité**
MgO	15	minimum	%
CaO	35	maximum	%

Produit : Acide sulfurique

Spécification	**valeurs**	**tolérance**	**unités**
H_2SO_4	95	minimum	%
Densité à 20°C	1.80	minimum	Kg/dm^3

Produit : Mono Ammonium Phosphate (MAP)

Spécification	**valeurs**	**tolérance**	**unités**
Azote totale (N)	11,7	1,1	%
Anhydride Phosphorique	59,9	1,1	%
	Granulométrie		
>1 mm	10,0	maximum	%
0,1 à 1 mm	5,0	minimum	%
<0,1 mm	15,0	maximum	%
Humidité	1,5	maximum	%
Densité apparente	0,8	± 0,05	Kg/dm^3

Annexe 3

Tableau de l'acide nitrique densité a 15 °C F6002ARZ

densité	% HNO_3	Densité	%HNO_3	Densité	%HNO_3	Densité	%HNO_3	Densité	%HNO_3
1,000	0,3333	1,130	22,38	1,260	42,14	1,350	55,79	1,376	60,49
1,005	1,255	1,135	23,16	1,265	42,92	1,351	55,97	1,377	60,68
1,010	2,164	1,140	23,94	1,270	43,70	1,352	56,14	1,378	60,87
1,015	3,073	1,145	24,71	1,275	44,48	1,353	56,32	1,379	61,06
1,020	3,982	1,150	25,48	1,280	45,27	1,354	56,49	1,380	61,26
1,025	4,883	1,155	26,24	1,285	46,06	1,355	56,67	1,381	61,45
1,030	5,784	1,160	27,00	1,290	46,85	1,356	56,84	1,382	61,65
1,035	6,661	1,165	27,76	1,295	47,63	1,357	57,02	1,383	61,84
1,040	7,530	1,170	28,51	1,300	48,22	1,358	57,20	1,384	62,04
1,045	8,398	1,175	29,25	1,305	49,21	1,359	57,38	1,385	62,24
1,050	9,259	1,180	30,00	1,310	50,00	1,360	57,55	1,386	62,44
1,055	10,12	1,185	30,74	1,315	50,85	1,361	57,73		
1,060	10,97	1,190	31,47	1,320	51,71	1,362	57,91		
1,065	11,81	1,195	32,21	1,325	52,56	1,363	58,09		
1,070	12,65	1,200	32,94	1,330	53,22	1,364	58,27		
1,075	13,48	1,205	33,68	1,335	53,82	1,365	58,46		
1,080	14,31	1,210	34,41	1,340	54,02	1,366	58,64		
1,085	15,13	1,215	35,16	1,341	54,22	1,367	58,82		
1,090	15,95	1,220	35,93	1,342	54,40	1,368	59,00		
1,095	16,76	1,225	36,70	1,343	54,57	1,369	59,19		
1,100	17,58	1,230	37,48	1,344	54,74	1,370	59,37		
1,105	18,39	1,235	38,25	1,345	54,91	1,371	59,56		
1,110	19,19	1,240	39,02	1,346	55,09	1,372	59,74		
1,115	20,00	1,245	39,80	1,347	55,26	1,373	59,93		
1,120	20,79	1,250	40,58	1,348	55,44	1,374	60,11		
1,125	21,59	1,255	41,36	1,349	55,70	1,375	60,30		

I.1. Introduction

La société « **Fertial** » est plus connue sous le nom de la «Société des fertilisants d'Algérie», une filiale d'**Asmidal** spécialisée dans la production d'engrais azotés et phosphatés. Cette entreprise née de la restructuration d'**Asmidal** (**Asmidal** étant issue de la restructuration de **Sonatrach**) a été rachetée par le groupe espagnol **Villar Mir** à hauteur de 66% (équivalent de 123 millions d'euros) alors que les 34% restants sont toujours détenus par **Asmidal**. L'usine **Alzofert** (située à Arzew a également connu le même sort puisqu'elle a été regroupée dans la filiale **Fertial** ou en d'autres termes absorbée par **Fertial**. **Somias**, une autre filiale d'**Asmidal** qui a à sa charge, le volet maintenance a été cédé pour sa part au groupe tunisien **Alkilama** pour un taux de 55%. C'est le cas pour STTP, chargée de la production et reprise par WOODGROUP à hauteur de 55%.

Aujourd'hui, plus d'une année après la prise de participation majoritaire dans **Fertial** par les espagnols qui se sont engagés à investir plus de 720 millions d'euros en plus de la prise en charge d'une dette de 154 millions d'euros, les résultats sont déjà palpables sur le terrain selon les représentants de **Fertial** rencontrés à l'occasion des Salons professionnels. Depuis sa prise de participation majoritaire dans **Fertial**, le groupe **Villar Mir** a fortement contribué au développement du marché national des fertilisants à travers la commercialisation des produits de **Fertial** (ammoniac, acide nitrique, nitrate d'ammonium) et ce, en appliquant une politique des prix des engrais attractives et compétitives.

Parmi les engagements des responsables du groupe espagnol, on note également la rénovation du potentiel de production existant pour un montant de 168 millions de dollars, la construction d'une nouvelle unité de production d'ammoniac de 3300 tonnes métriques/jour pour un montant de 460 millions de dollars. Les capacités de production pour les engrais complexes s'élèvent actuellement à 550 000 TM/ans et à 825 000 TM/ ans pour les engrais azotés ; concernant l'ammoniac, elles sont de l'ordre de 990 000 tonnes métriques/ans.

L'entreprise exporte l'ammoniac vers l'Espagne, la France, l'Italie, la Grèce, la Belgique, Cuba, la Grande-Bretagne, le Maroc et la Turquie et de manière générale, **Fertial** accorde aujourd'hui une grande importance au développement de l'agriculture en Algérie.

I.2. Historique [1]

La réalisation du complexe industriel de production d'ammoniac (NH_3), de l'acide nitrique (HNO_3), de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) et de l'urée ($(NH_2)_2CO$)a été confiée le 28 juillet 1966 par **SONATRACH** qui a signé avec le groupe français **TECHIP-ENIA** auquel la firme **CHEMICO** avait fourni les procédés. La mise en route du complexe a eu lieu en Mars 1969, le chantier a démarré officiellement le 09 juillet 1967, il a été inauguré le 19 juin 1970 par le président défunt **Houari Boumediene.**

Compte tenu des besoins sans cesse croissants en matière d'engrais à l'échelle nationale, ils étaient devenus nécessaire d'étendre la capacité de production, c'est ainsi que d'autre unités ont été mises en services.

L'entreprise française **CREUSOT LOIRE ENTREPRISE** s'est vue confier la réalisation d'une unité d'ammoniac selon le procédé **KELLOGG.**

La société autrichienne **VOEEST- ALPINE** a réalisé quant à elle :

- Deux unités d'acide nitrique.
- Deux unités de nitrate d'ammonium.
- Deux unités d'utilisés.

En 1984, la restauration de l'entreprise nationale **SONATRACH** a donné naissance à 13 entreprises dont l'entreprise nationale des engrais et des produits phytosanitaires **ASMIDAL** qui englobe le complexe d'ammoniac et d'engrais azotés d'Arzew **(CEA/Z).**

Au début de l'année 2005, **ALZOFERT** et **FERTIAL** deux filiales d'ASMIDAL deux sociétés publique productrice d'engrais ont été fusionnées pour donner naissance à une seule société **FERTIAL.** Au plus tard, le 04 Aout de la même année, la société a été privatisée pour le compte du groupe Espagnol **Villa Mir (SPONSOR)**, cela a été accompli à travers l'augmentation du capital, le sponsor détenant 66% des actions installée dans les sites industriels d'Annaba et d'Arzew.

L'entreprise à une capacité annuelle proche de 800.000 tonnes d'ammoniac, une partie de cette production est réutilisée pour la production d'une large gamme d'engrais azotés et phosphatés.

Usine d'Arzew

Située dans la zone industrielle d'Arzew (Oran), l'usine s'étend sur une superficie de 54 hectares et emploie 561 personnes.

I.3. Capacité de production:

- Ammoniac : 660.000 tonnes.
- Acide nitrique : 240.000 tonnes.
- Nitrate d'ammonium granulé à 34.5% d'azote à usage hospitalier et le CAN 27 à 27% d'azote : 250.000 tonnes

L'usine d'Arzew dispose d'une aire de stockage de 100.000 tonnes d'engrais.

I.4. Situation géographique du complexe [2]

L'usine FERTIAL est située à 45 Kms au nord Est de la ville d'Oran, elle s'étend sur une superficie de 60 hectares au sein de la zone industrielle d'Arzew, implantée en bordure de la mer et distante de 03 Kms au Nord Est de la ville d'Arzew et à 04 Kms au Nord-Ouest de la ville de Béthioua.

Elle est limitrophe du l'usine GNL1 à l'est, du l'usine GPL2 à l'ouest et de l'Institut Algérien de Pétrole (IAP) au sud**.** **(Voir figure 1.page 6)**

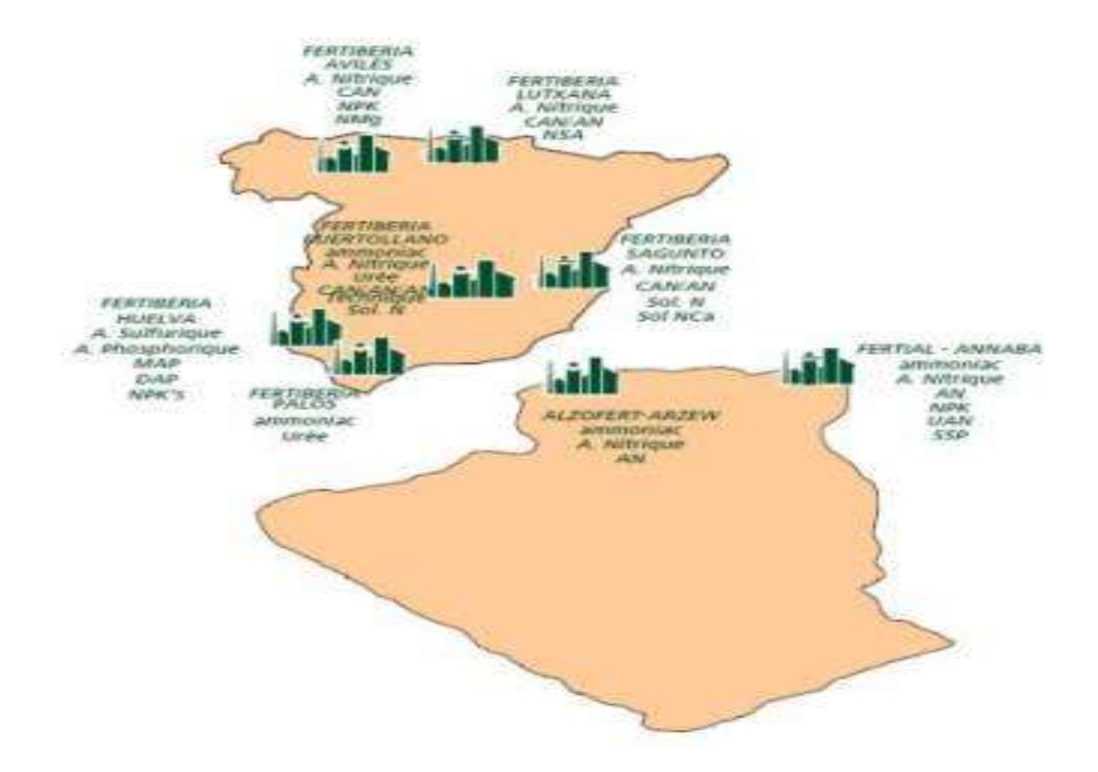


Figure 1 : situation géographique du complexe FERTIAL

I.5. Objectif et activité du complexe FERTIAL

FERTIALa été conçu pour atteindre trois objectifs essentiels :

- Valoriser les hydrocarbures par un traitement local.
- Dégager un surplus pour l'exportation des engrais et de l'ammoniac.
- Satisfaire la demande nationale en matière d'engrais azoté.

Et afin de réaliser ces objectifs **FERTIAL** dispose de :

- Deux unités de production de l'ammoniac (10 I, 10II) avec une capacité de production de 1000 tonnes/j/unité suivant deux procédés différents CHEMICO et KELLOGG.
- Trois unités de production de l'acide nitrique (20 II A/B) Fonctionnent selon le procédé CHEMICO et dans la gamme de production est de 400 tonnes/j/unité.
- Trois unités de nitrate d'ammonium (30 II A/B) selon CHEMICO produisant 500 tonnes/j/unité.

- Trois centres utilisés pour le traitement de l'eau de mer et la production de l'eau distillée et de la vapeur d'eau (50 I, 50 II, 500III).
- Un groupe turbo alternateur pour la production d'énergie électrique.
- Deux unités de stockage et de conditionnement des engrais (U70).
- Un centre pour le stockage d'ammoniac (U80).
- Un laboratoire pour les analyses chimiques et physiques.
- Des ateliers de maintenance.
- Des départements administratifs.

I.6. Présentation du laboratoire de l'usine d'Arzew de FERTIAL

Le laboratoire d'analyses physico-chimiques de l'usine d'Arzew de FERTIAL qui est en activité depuis 1969 a connu une dernière rénovation des locaux en 2010 et un recrutement en 2011, accompagné de formations théorique et pratique s'étalant sur une année de 17 universitaires soit l'équivalent de plus de 100% de l'effectif existant pour combler le déficit et surtout pour pouvoir au remplacement des agents ayant formulé volontairement leur demande de départ en retraite.

L'objectif principal du laboratoire en tant que processus de support est la maîtrise des techniques de prélèvements des échantillons et des techniques des analyses physico-chimiques nécessaires à la conduite des installations de productions et de stockage de l'ammoniac, de l'acide nitrique, du nitrate d'ammonium, du CAN 27, de la vapeur d'eau et de l'électricité et à la protection de l'environnement

Les missions principales du laboratoire sont les contrôles par des analyses physico-chimiques :

- Des qualités des matières premières et des additifs à la réception rentrant dans les processus de fabrications de produits.
- Des qualités des produits finis à leur sortie des chaines de la production et avant leur livraison aux clients.
- Des produits intermédiaires dans les chaines de production.
- Des rejets liquides, des émissions de gaz à l'atmosphère et des déchets solides dans le cadre des dispositions réglementaires et des exigences de l'entreprise pour la protection de l'environnement.

Le laboratoire dispose de moyens matériels et humains pour la réalisation des opérations suivantes selon un programme préétabli et à la demande :

- Les prélèvements des échantillons aux niveaux des unités de productions et de stockage.
- Les analyses de gaz par chromatographie en phase gazeuse (CPG).
- Les analyses par spectrophotomètre pour déterminer quantitativement les éléments contenus dans les différentes qualités des eaux, dans l'acide nitrique, dans le nitrate d'ammonium, dans le CAN 27 et dans les eaux des rejets dans le cadre de la protection de l'environnement.
- Les analyses volumétriques et gravimétriques
- Le contrôle de la qualité des lubrifiants des machines tournantes.

La réalisation de ce travail passe par la formation continue du personnel sur les techniques analytiques et la préparation des réactifs chimiques nécessaires aux analyses ainsi que les étalonnages des appareils d'analyses physico-chimiques.

Le laboratoire dispose **:** [3]

- Trois chromatographes en phase gazeuse
- Deux spectrophotomètres dont un acquis récemment et relié à un ordinateur
- Un analyseur d'azote total
- pH-mètres
- Conductivité mètres
- Deux viscosimètres
- Du matériel de verrerie et autres classiques de laboratoire
- D'un magasin de produits chimiques et de matériel de laboratoire

Le matériel acquis récemment a pour objectif de moderniser les techniques analytiques pour améliorer la qualité du travail en précisions et en temps et se compose de :

Le laboratoire agronomique dont la mise en service est programmée pour le deuxième semestre de l'année 2014 orientera ses actions vers le développement d'une agriculture durable et au-delà des analyses de grande qualité, l'équipe du laboratoire mettra tout son savoir-faire en collaboration avec les conseillers agricoles de FERTIAL pour des interprétations et des conseils de qualité.

Le laboratoire sera doté de matériel moderne pour les analyses de sol, des végétaux et des eaux.

Il s'agit en premier lieu de fournir les résultats nécessaires à unegestion raisonnée dela fertilisation

I.7.Département sécurité : [2]

Au complexe d'ammoniac et engrais azotés, la sécurité est instituée en département, et composée de 03 services qui sont:

- Le service prévention
- Le service intervention
- Le service surveillance.

I.7.1. Le service prévention

Le service prévention a pour objectif entre autres de prévenir et éliminer toutes les causes d'incidents et d'accidents. Ce service a pour missions de :

- Contrôler tous les travaux dans les unités
- Conseiller les agents et la hiérarchie en matière de sécurité
- Faire respecter les règlements en vigueur au complexe
- Signaler les infractions aux normes de sécurité
- Participer à la lutte contre les sinistres
- Elaborer les consignes de sécurité
- Effectuer les tests d'explosimètres lors des travaux par points chauds.

I.7.2. Le service intervention

Ce service est appelé à entrer en action lors d'un quelconque dysfonctionnement d'installation ou de structure ainsi que lors le déclenchement d'incendie ou du moins lors des fuites accidentelles par exemple.

Les principales actions de ce service sont:

- Entretien et le maintien du matériel mobile et statique de sécurité en état d'intervention
- Intervention en cas d'incident et /ou accident

- Effectuer le sauvetage et l'évacuation des blessés
- Organisation et l'exécution des exercices de lutte contre l'incendie
- Surveillance des travaux nécessitant la présence d'agent d'intervention
- Gestion des équipements de protection individuelle
- Réparation du matériel et équipements de sécurité
- Vérification et recharge des extincteurs
- Vérification et recharge bouteilles d'A.R.I.

I.7.3. Le service surveillance

Le service surveillance est responsable de l'intégrité du complexe.
Les principales missions sont :

- La surveillance de l'enceinte
- Le Réglemente et le contrôle des mouvements du personnel, des véhicules et du matériel
- Le contrôle des camions lourds et engins à l'entrée et sortie du complexe.

Ce service est appelé également à prêter assistance lors des sinistres en encadrant le personnel et en dirigeant les secours extérieurs vers le poste de commandement d'intervention.

I.8. Certification dans l'usine FERTIAL [4]

Fertial compte, désormais, parmi les entreprises dont la gestion est soumise aux standards internationaux grâce à l'obtention des certifications **ISO9001, 14001 et l'OHSAS 18001**. Elle a également obtenu l'accréditation **ISO 17025** pour son laboratoire agronomique et technique d'Annaba. Cela permettra à l'entreprise de soutenir son développement, de veiller scrupuleusement au respect strict de l'environnement, d'assurer la sécurité à ses employés et de fournir régulièrement aux clients un produit de qualité irréprochable et aux normes internationales. Fertial est aussi membre de l'international fertilizers association (IFA) et de l'arab fertilizers associations (AFA).

Par ailleurs, Fertial a réussi en 2013 à décrocher le prestigieux label EFQM (European fondation for quality management) une première en Algérie, cette distinction prouve ainsi l'excellence managériale auquel s'adonne Fertial depuis plusieurs mois. A noter que dans sa démarche de développement et d'excellence, Fertial ne cessera d'œuvre dans ce sens visant

l'obtention d'autre certification tout autant prestigieux notamment l'ISO 50001, l'ISO 26000 et l'OSO 31000.

I.8.1.Charte sécurité qualité environnement

Sécurité :

Fertial ouvre sans cesse à l'amélioration des conditions d'hygiène et de sécurité que ce soit à l'intérieure de l'usine ou au niveau des installations industrielles. Fertial a doté ses deux sites industriels de deux équipes qui veillent à la sécurité des biens et des personnes dans les usines et a obtenu la certification OHSAS18001.Le complexe assure ainsi, une sécurité optimale à ses employés.

Depuis 2005, le nombre d'accidents de travail a été réduit de plus de 80%.

OHSAS 18001 : est la référentielle sécurité de l'entreprise(la société doit assurer une gestion rigoureuse et efficace de la santé et la sécurité au travail). [5]

Qualité :

Fertial ne cesse d'améliorer ses performances visant une gestion conforme aux exigences de management de la qualité notamment à travers la rénovation de ses installations industrielles, l'augmentation de ses capacités de production, la maitrise parfaite du processus de production et la revalorisation permanente de sa ressource humaine et la certification ISO9001.

ISO 9001 : est une norme internationale qui détaille les exigences auxquelles doit satisfaire le système de management de la qualité de l'entreprise. [6]

Environnement :

Certifiée ISO 14001, Fertial a engagé de nombreuses actions et investissements afin de préserver l'environnement, de réduire les émissions de gaz polluant et d'assurer une production de qualité.

ISO 14001 : Norme de certification environnementale internationale. [7]

II Généralités sur les engrais

II.1 Introduction

L'analyse de sol est le préalable à tout raisonnement de l'utilisation des nombreuses formes d'engrais minéraux disponibles sur le marché.

Le choix d'un engrais ne doit pas être déterminé uniquement par son prix. Il doit se faire suivant plusieurs critères : la forme, la solubilité, l'adaptation au type de sol, la granulométrie, la qualité de l'épandage, le niveau de fertilité de la parcelle et les besoins en éléments fertilisants pour la culture.

Tous ces éléments additionnés conditionnent le choix d'une formule d'engrais pour votre exploitation. Il faut donc être vigilant au moment des achats.

Lorsque la quantité d'éléments fertilisants à apporter à la culture est déterminée, le choix d'un engrais et d'une dose de produit portera sur des critères de composition de l'engrais.

II.2 Définition des engrais [8]

Les engrais sont des substances organiques ou minérales souvent utilisés en mélanges destinés à apporter aux plantes des compléments d'éléments nutritifs, de façon à améliorer leur croissance et à augmenter le rendement et la qualité des cultures. Ils font partis avec les amendements des produits fertilisants.

L'action consistant à apporter un engrais s'appelle la fertilisation, elle se pratique en agriculture, horticulture et lors des activités de jardinage.

Les engrais furent utilisés dés l'antiquité, ou l'on ajoutait au sol de façon empirique ; les phosphates des os (calcinés ou non), l'azote des fumeurs animales et humaines ainsi que le potassium des cendres.

II.3. Les composants des engrais

- Des éléments de base ; azote (N), phosphore (P), potassium (K), on parle des engrais ternaires de type NPK si les trois sont associés. Sinon, on parle également des engrais binaires NP, NK, PK ou d'engrais simples s'ils sont constitués d'un seul de ces éléments N ou P ou K.
- Des éléments secondaires, calcium (Ca), soufre(S), magnésium (Mg).

- des oligo-éléments tels que le fer (Fe), le manganèse (Mn), le molybdène (Mo), le cuivre (Cu), le bore (B), le zinc (Zn), le chlore (Cl), le sodium(Na), le cobalt (Co), le vanadium (V) et le silicium (Si).

Ces éléments secondaires se trouvent habituellement en quantité suffisante dans le sol, et ne devraient être ajoutés qu'en cas de carence, la plupart devenant toxiques à faible dose, au-delà d'un seuil variant selon les éléments, certaines synergies entre éléments et selon le pH du sol.

Les plantes ont besoin de quantités relativement importantes des éléments de base, les macroéléments, l'azote, le phosphore et le potassium sont donc les éléments qu'il faut ajouter le plus souvent aux sols pauvres ou épuisés par l'agriculture intensive. Ces ressources sont consommées par les plantes et ne se reconstituent pas entièrement par la jachère.

II.4. Les éléments principaux des engrais [9]

L'azote : Contribue au développement végétatif de toutes les parties aériennes de la plante. Il est profitable à la plantation, au printemps, lors de la pousse de la végétation et aux légumes feuillus, mais il convient de le distribuer sans excès car cela se ferait au détriment du développement des fleurs, des fruits (alimentation humaine) ou des bulbes. On trouve de l'azote dans le sang séché, dans les tontes de gazon ou dans le purin d'orties sous forme chimique (ion NO_3^- dit « nitrate »), il est particulièrement soluble dans l'eau et utilisé en excès et il est à l'origine de la pollution azotée.

Le phosphore : Renforce la résistance des plantes et contribue au développement des racines. Le phosphore est extrait principalement des roches phosphatées, on le trouve également dans la poudre d'os ou dans les fientes, utilisé en excès, il est un facteur d'eutrophisation de l'eau. Les engrais phosphatés chimiques contiennent une multitude d'éléments minéraux secondaires et d'oligo-éléments dont de petites quantités d'uranium (radionucléide) et de cadmium (métal lourd).

Le potassium : Contribue à favoriser la floraison et le développement des fruits. Il se trouve dans la cendre de bois, qui peut par ailleurs contenir des métaux lourds, ou des radios nucléide dans certaines régions.

Le trio « NPK » constitue la base de la plupart des engrais vendus de nos jours. L'azote est le plus important d'entre eux et le plus controversé à cause du phénomène de lessivage, lié à la forte solubilité des nitrates dans l'eau. Au XXIe siècle, 1 % de l'énergie consommée par les

humains sert à produire de l‘ammoniac produit qui fournit la moitié de l'azote nécessaire à la fabrication des engrais utilisés en agriculture.

II.5. Les différents types d'engrais

On distingue généralement trois types d'engrais : organiques, minéraux et organo-minéraux.

II.5.1. Les engrais organiques

Les engrais organiques sont principalement issus de déchets naturels, végétaux ou animaux. Ils sont utilisés en fertilisation de fond et libèrent progressivement des éléments nutritifs tels que l'azote, la potasse ou le phosphore mais aussi des oligo-éléments essentiels à la bonne santé de plantes. L'assimilation étant plus lente, il n'y a pas de risque de lessivage.

Les principaux engrais organiques d'origine végétale sont :

- Le tourteau de ricin
- Les divers purins de plantes (ortie, consoude...)
- Les engrais verts qui sont enfouis dans le sol après culture (moutarde, vesce, phacélie...)
- Les résidus verts, compostés ou non (feuilles mortes, tonte de pelouse, algues...)
- La vinasse de betterave.

Les principaux engrais organiques d'origine animale sont :

- la corne broyée ou torréfiée
- le fumier
- le sang séché
- le guano.

II.5.2. Les engrais minéraux

Les engrais minéraux sont des substances d'origine minérale, produites par l'industrie chimique ou par l'exploitation de gisements naturels de phosphate et de potasse.

L'industrie chimique intervient surtout dans la production des engrais azotés, passant par la synthèse de l'ammoniac à partir de l'azote de l'air, moyennant un apport important d'énergie fournie par le gaz naturel, principalement le méthane (cette synthèse produit également l'hydrogène). De l'ammoniac sont dérivés l'urée et le nitrate. Elle intervient également dans la fabrication des engrais complexes, qui sont constitués de sels résultant de la réaction

d'une base avec un acide. Les engrais composés peuvent être de simples mélanges, parfois réalisés par les distributeurs, coopératives ou négociants.

On distingue les engrais simples ne contenant qu'un seul élément nutritif, et les engrais composés, qui peuvent en contenir deux ou trois. L'appellation des engrais minéraux est normalisée, par la référence à leurs trois composants principaux: NPK. Les engrais simples peuvent être azotés, phosphatés ou potassiques. Les engrais binaires sont notés NP ou PK ou NK, les ternaires NPK. Ces lettres sont généralement suivies de chiffres, représentant la proportion respective de ces éléments. Les engrais chimiques produits industriellement contiennent une quantité minimale garantie d'éléments nutritifs et elle est indiquée sur le sac.

Par exemple, la formule 5-10-5 indique la proportion d'azote (N), de phosphore (P) et de potassium (K) présente dans l'engrais, soit 5 % de N, 10 % de P_2O_5 et 5 % de K_2O.

L'apport azoté est exprimé en azote N et est apporté sous forme de nitrate NO_3^-, d'ammonium NH_4^+ ou d'urée $CO(NH_2)_2$. Les contraintes d'entreposage de la forme nitrate incitent les distributeurs d'engrais à se tourner vers des formes ammoniacales uréiques. Le phosphore est exprimé sous la forme P_2O_5, mais il est apporté sous forme de phosphate de calcium ou d'ammonium. Le potassium est exprimé sous la forme K_2O, mais il est apporté par du chlorure, du nitrate et du sulfate.

II.5.3. Les engrais organo-minéraux

Les engrais organo-minéraux résultent du mélange d'engrais minéraux et d'engrais organiques. Les matières organiques azotées représentent généralement 25 à 50 % des produits finis. Les autres constituants du fertilisant, sels simples et minéraux, apportant N. P. K. sous des formes appropriées, sont dilués dans les matières organiques.

Noter que la matière organique présente dans certains engrais liquides n'est plus stable une fois celui-ci dilué : elle entre en décomposition sous l'effet des bactéries et la prolifération de celles-ci bouche les canalisations et orifices de sortie. Il n'y a que les engrais minéraux (en incluant les chélates pour les oligo-éléments) qui peuvent être utilisés dans ce cas et autres systèmes apparentés.

II.6. Connaissance des éléments fertilisants [10]

Il faut tenir compte de l'étiquette ou de la fiche technique du produit (**voir figure 2.page 16**), et ne pas se limiter aux indications du bon de commande.



Figure 2 : L'étiquette d'un engrais

Ainsi, plusieurs critères apparaissent :

- Identification du produit et référence à la réglementation
- Dénomination du type d'engrais
- Teneurs déclarées en éléments fertilisants majeurs
- Masse
- Nom et adresse du responsable de la mise sur le marché
- Teneur en chlore
- Teneurs déclarées en éléments secondaires
- Code identifiant l'emballeur.

Tous ces points assurent une bonne connaissance des éléments fertilisants du produit et permettent donc une bonne élaboration de la quantité d'engrais à apporter.

Au moment des achats, vous avez le choix entre différents engrais simples ou composés.

En fonction de quoi se décider pour les uns ou pour les autres ?

Il faut considérer successivement les questions de prix, de simplification du travail sur l'exploitation, enfin de besoins sur le plan agronomique.

De plus, les éléments fertilisants contenus dans les déjections animales (engrais organiques) de l'exploitation, ont un comportement similaire, pour le phosphore et la potasse, à ceux des engrais minéraux. Ils devront être pris en compte.

Alors, pour avoir un bon résultat et assurer une production de bonne qualité on ne doit pas choisir seulement la bonne forme d'engrais mais aussi la juste dose.

III. Le nitrate d'ammonium

III.1.Définition [11]

Le nitrate d'ammonium est un composé chimique de formule NH_4NO_3, principalement utilisé comme engrais hautement azoté, dans ce cas il est plus connu sous le nom d'ammonitrate. Etant un agent oxydant fort, il peut être utilisé pour faire des explosifs dans cette dernière utilisation, il est souvent mélangé avec des hydrocarbures comme le gazolegrâce à sa grande disponibilité, le mélange a été utilisé pour la fabrication des bombes dans certaines attaques terroriste comme l'attentat d'Oklahoma City ou celui de Bali. Il est également responsable de l'explosion de l'Océan liberty à Brest en 1947 et de l'explosion accidentelle sur le site de grande paroisse (groupe Atofina) près de Toulouse en 21 septembre 2001.

En tant qu'oxydant, il est également utilisé en chimie par exemple pour oxyder des matériaux avant de les dissoudre dans un verre (technique de la perle fondue en spectrométrie de fluorescence X).

III.2.Propriétés physiques et chimiques du nitrate d'ammonium

Le nitrate d'ammonium NH_4NO_3 n'est pas un composé naturel, il a été élaboré pour la première fois en 1659 par Hans Rudolf Glauber, qui l'appela nitrum flammans en raison de la différence entre la couleur jaune de sa flamme et de celle de nitrate de potassium.

Le nitrate d'ammonium est produit principalement à partir d'ammoniac et l'acide nitrique selon la réaction suivant :

$$\mathbf{NH_3 + HNO_3 \longleftrightarrow NH_4\,NO_3}$$

De nos jour, son volume de production en fait le plus important des composes azotés, il est utilisé principalement comme engrais azoté et comme agent entrant dans la composition des explosifs civils et militaires.

Propriétés chimiques

Les principales caractéristiques du nitrate d'ammonium sont rassemblées ci- dessous :

- Formule chimique $NH_4\,NO_3$
- Masse molaire 80.05 g. mol^{-1}
- Densité 1.725

- Chaleur spécifique entre 0 et 31°C 1.70. $j.g^{-1}.k^{-1}$
- Point de fusion 169.6- 170.0 °C
- pH d'une solution à 0.1 M dans l'eau 5.43

Cette molécule à l'état pur possède une composition massique bien définie :

(Voir Tableau 1. page 19).

Atome	Pourcentage massique
H	5.04
N	35.00
O	59.96

Tableau 1 : Composition du NH_4 NO_3

III.3. Réactivité du nitrate d'ammonium [12]

III.3.1. Propriété d'oxydo-réduction

Le nitrate d'ammonium est un puissant agent oxydant par sa fraction nitratée. La molécule de nitrate d'ammonium contient :

- Un ion nitrate oxydant ou l'azote est à son degré d'oxydation maximum (+V).
- Un ion ammonium réducteur ou l'azote est à son degré d'oxydation minimum (- III).

La décomposition du nitrate d'ammonium vers 210°C donne pricipalement du protoxile d'azote (gaz hilarant) ou l'azote posséde un degré d'oxidation (+ I) .

La décomposition explosive engendrée à partir d'azote et d'oxygéne , du monoxyde d'azote en faible quantité , ou l'azote est à son degré d'oxydation (+II). Le monoxyde d'azote s'oxyde à l'air en dioxyde d'azote et en vapeurs nitreises de couleur rousse .

Ces réactions d'oxydo- réduction étant rapides et irréversibles, le nitrate d'ammonium est un produit utilisable comme explosif.

D'après P. Pascal , le nitrate d'ammonium est un puissant agent oxydant puisque le sel fondu oxyde de nombreux métaux. Le zinc s'y dissout aussi vite que dans un acide ; il en est de méme pour le plomb et à un moindre degré pour l'antimoine , le bismuth, le nickel, le cuivre et le cadmium. Il devrait attaquer les métaux dont le potentiel standard est inférieur à celui de l'hydrogéne- au moins en milieu ammoniac liquide. Cependant le fer , l'arsenic , l'étain ,le mercure el l'alluminium résistent à son action d'après les recherches des chimistes. L'addition de chlorures facilite la réaction et permet méme l'attaque de presque tous les métaux.

Le sel fondu réagit également sur beaucoup d'oxydes méttaliques et les dissout en dégageant de l'ammoniaque et de l'eau, les carbonates subissent la méme transformation .

Citons en particulier les oxydes méttalique CuO , MgO, CaO, BaO, NiO, HgO, ZnO, et les carbonates $BaCO_3$, $MnCO_3$, $CaCO_3$, etc. Par contre, restent inattaqué les oxydes BeO, Al_2O_3 , Cr_2O_3, Fe_2O_3, Fe_3O_4, ThO_2, SnO_2, Ta_2O_5,Nb_2O_5, MoO_3, WO_3.

L'attaque d'un métal donne généralement lieu à une production d'azote , d'ammoniac et d'eau , comme le montre la réaction sur le cuivre :

$$\mathbf{3\,NH_4NO_3 + Cu \longrightarrow Cu\,(NO_3)_2 + 2\,NH_3 + N_2 + 3H_2O}$$

Les métalloide réagissent en général mais en s'oxydant seulement,il y a explosion par contact du sel fondu et du phosphore ou du carbone divisé, alors que le soufre fond simplement en présence du nitrate d'ammonium lors d'une montée lente en température .

Cepandant , les résultats obtenus avec le carbone dividé restent très aléatoire.

De méme , la solution de nitrate d'ammonium attaque la plupart des métaux en particulier à cause de l'hydrolyse. Tout revient en somme à une corrosion par l'acide nitrique donnant lieu à une production d'azote grace aux ions ammonium. Une partie du nitrate est réduit à l'état de nitrite,d'hyponitrite ou méme d'ammoniaque. Cette attaque est une des

complications de l'industrie du nitrate d'ammonium, qui doit employer des métaux spéciaux (ferro- silicium jusqu'aux année 50 et alliage au nicke- chrome actuellement) pour l'évaporation des solutions .

III.3.2. Décomposition du nitrate d'ammonium

A température et pression ordinaires, ainsi que dans un large domaine autour de celle-ci, le nitrate d'ammonium reste inaltérable dans le temps pendant son stockage. C'est donc un corps chimiquement stable dans ces conditions à des températures légérement supérieures à son point de fusion, il subit certaines réactions étudiées par la suite. Les diverses réactions du nitrate d'ammonium sous l'effet de la chaleur ont été signalée dés 1869 ; certaines peuvent prendre une allure explosive, mais ce composé n'est qu'un explosif peu sensible.

Dés réactions de décomposition du nitrate d'ammonium par la chaleur sont présentées ci-après :

➢ Vaporisation du nitrate d'ammonium

[1] $NH_4NO_{3(s)} \longleftrightarrow HNO_{3\,(g)} + NH_{3\,(g)}$ $\Delta H = 176$ KJ.mol^{-1}

Le nitrate d'ammonium chauffé se vaporise avant sa température de fusion (T fusion= 169.6 °C), en donnant une vapeur qui est dissociée en acide nitrique et en ammoniac. La vaporisation devient très importante vers 300 °C. Cette réaction est fortement endothermique, de plus elle est réversible.Les vapeurs d'acide et d'ammoniac peuvent se recombiner pour former sur une paroi froide, des cristaux de nitrate d'ammonium.

➢ Décomposition en eau et en hémioxyde d'azote (ou protoxyded'azote)

Aux températures de l'ordre de 185°C, une autre réaction devient possible :

[2] $NH_4NO_3 \longrightarrow N_2O_{(g)} + 2\ H_2O_{(g)}$

Cette réaction représente l'équation bilan d'oxydo- réduction entre les deux couples (NH_4^+/N_2O) et ($N_2O\ /NO_3^{-}$), elle est exothermique.

La chaleur de la réaction à pression constante est de :

- -36 KJ .mol^{-1} à 18 °C à partir du sel solide
- -56 KJ. mol^{-1} à 250 °C à partir du sel fondu

Elle est utilisée pour la synthèse du protoxyde d'azote.

Remarque : les deux réactions [1] et [2] ont lieu simultanément entre 200 °C, 300 °C et méme au -dela .

La décomposition du nitrate d'ammonium sous des températures élevées ou sous un choc extréme peut avoir lieu de deux maniéres différentes :

-La premiére est la réaction [2] , qui peut etre controlée méme si elle est rapide.

-La seconde [3], qui démarre à 300 °C se déroule avec une grande rapidité et une grande violence lorsque le nitrate d'ammonium détone c'est – à – dire lorsqu'il est utilisé comme composé entrant dans la composition des mélanges explosifs.

[3] $2\ NH_4NO_3 \longrightarrow 2\ N_2 + 4\ H_2O + O_2$

III.3.3. Propriétés explosives du nitrate d'ammonium [13]

D'après L. Médard, il importe de faire une distinction entre le nitrate d'ammonium pur et le nitrate d'ammonium impur car leurs propriétés explosives peuvent être très différentes même pour des teneurs très faibles de certaines impuretés. D'un point de vue théorique et d'après la définition des explosifs, le nitrate d'ammonium pur est un corps explosif car il est susceptible d'éprouver des réactions exothermiques rapides avec émission d'une grande quantité de gaz chaud. Ce caractère explosif du nitrate d'ammonium a été étudié vers 1870 par Berthelot qui considérait que l'explosion franche de ce corps a lieu selon l'équation :

[3] $2\ NH_4NO_{3(s)} \longrightarrow 2\ N_2 + 4\ H_2O + O_2$

D'après cette équation, l'énergie libérée par l'explosion serait 1580 KJ/Kg, alors que les explosives usuels fournissent entre 2500 et 6000 KJ/Kg. Le nitrate d'ammonium, en tant qu'explosif n'a qu'une médiocre puissance.

Quand la détonation du nitrate d'ammonium se produit, des fumées rousses peuvent être observées attestant la présence de dioxyde d'azote.

Ceci laisse supposer que la décomposition du nitrate a lieu pour une part, selon la réaction :

[4] $NH_4NO_{3(s)} \longrightarrow 1/2\ NO_{2\ (g)} + 3/4\ N_{2\ (g)} + 2\ H_2O_{\ (g)}$

Cette réaction libère à volume constant 1360 KJ/Kg.

Une autre réaction peut intervenir, mais seulement pour une faible part dans la détonation :

[5] $NH_4NO_{3(s)} \longrightarrow 1/2\ N_{2\,(g)} + NO_{(g)} + 2\ H_2O_{(g)}$

Cette réaction libère très peu d'énergie : 450 KJ/Kg.

- **Sensibilité au choc mécanique**

Le nitrate d'ammonium et les ammonitrates sont insensibles aux frottements et aux chocs mécaniques les plus violents. Par exemple, lorsque les ammonitrates prennent en masse à cause de leur hygroscopicité, les tas formés sont fragmentés à l'aide d'un marteau piqueur.

L'explosion, lorsqu'elle survient ne concerne que la matière directement soumise à l'impact et ne se transmet pas à l'air libre au reste du nitrate d'ammonium.

- **Sensibilité à la détonation**

- La sensibilité du nitrate d'ammonium et des ammonitrates à l'amorce par un explosif dépend des facteurs présentés ci-après :
- La température : la sensibilité augmente avec la température.
- La densité du produit : la sensibilité diminue quand la densité augmente.
- La granulométrie du produit : la sensibilité est plus grande pour des petits granulés.
- La pureté chimique du produit :
    - Le nitrate d'ammonium impur mélangé à des réducteurs divers (hydrocarbures, sucre...) peut exploser spontanément si une masse importante est fondue après avoir été prise dans un incendie violent.
    - La concentration en nitrate d'ammonium de l'ammonitrate influe sur la sensibilité.
- Le degré de confinement du produit exposé à la détonation.

Remarque

-Le nitrate chaud sous confinement est plus sensible à l'action de l'amorçage que le nitrate à température ordinaire (au- dessus de 140 °C : détonation complète).

-La détonation du nitrate d'ammonium par un autre explosif ne peut se produire qu'en présence d'une masse importante de ce dernier.

- **Sensibilisation du nitrate d'ammonium par des corps combustibles**

Les propriétés explosives faibles du nitrate d'ammonium sont considérablement augmentées quand il est mélangé à des matières combustibles finement réparties.

L'addition d'un assez faible pourcentage (1 ou 2 %) d'un corps combustible au nitrate d'ammonium suffit à transformer celui-ci, très peu sensible à l'état pur en un mélange pouvant exploser par une action excitatrice modérée.

Des études de sensibilisation du nitrate d'ammonium ont été menées avec diverses substances. Ainsi, l'ajout de 1 à 2 % d'hydrocarbures au nitrate d'ammonium permet d'obtenir le maximum de sensibilité, au – delà, l'effet flegmatisant l'emporte sur l'effet sensibilisant.

Les hydrocarbures et les autres matières combustibles pouvant sensibilisées le nitrate d'ammonium sont :

- Le soufre qui se désagrège facilement en donnant une poussière très fine et qui est un bon sensibilisant.
- Les métaux en poudre comme l'aluminium et le zinc.
- Des sels ammoniacaux non- explosifs, tels que le chlorure et le sulfate d'ammonium, qui ont entre certaines limites de concentration, une action sensibilisante non négligeable grâce à l'hydrogène qu'ils renferment.
- Des agents surfactants cationique tels que le laurylsulfate de sodium ou le dodécylbenzénesulfonate de sodium qui à hauteur de 0.03 à 0.05 %, ont une action sensibilisante comparable à celle d'un ajout de 1 à 1.5 % de mazout.
- Le caoutchouc naturel finement divisé et enflammé qui a déjà été cause d'accidents.

III.4. Dosage de la dolomite dans le nitrate d'ammonium [14]

Puisque le nitrate d'ammonium est une matière explosive, l'usine Fertial d'Arzew a procédé à l'ajoute d'une matière inerte appelée « la dolomite » constituée principalement du carbonate de calcium et de carbonate de magnésium. **(Voir photo 1. Page 25)**

Le nitrate d'ammonium calcique sera élaboré en mélangeant la dolomite moulue avec la solution de nitrate d'ammonium**. (Voir figure 3.page 25)**

Le nitrate d'ammonium pur a un contenu de nitrogène de 35% en poids.

En ajoutant la dolomite comme inerte, le contenu de nitrogène baissera la valeur désiré, l'humidité résiduelle comme l'anti-montant aditif sont considérés inertes.

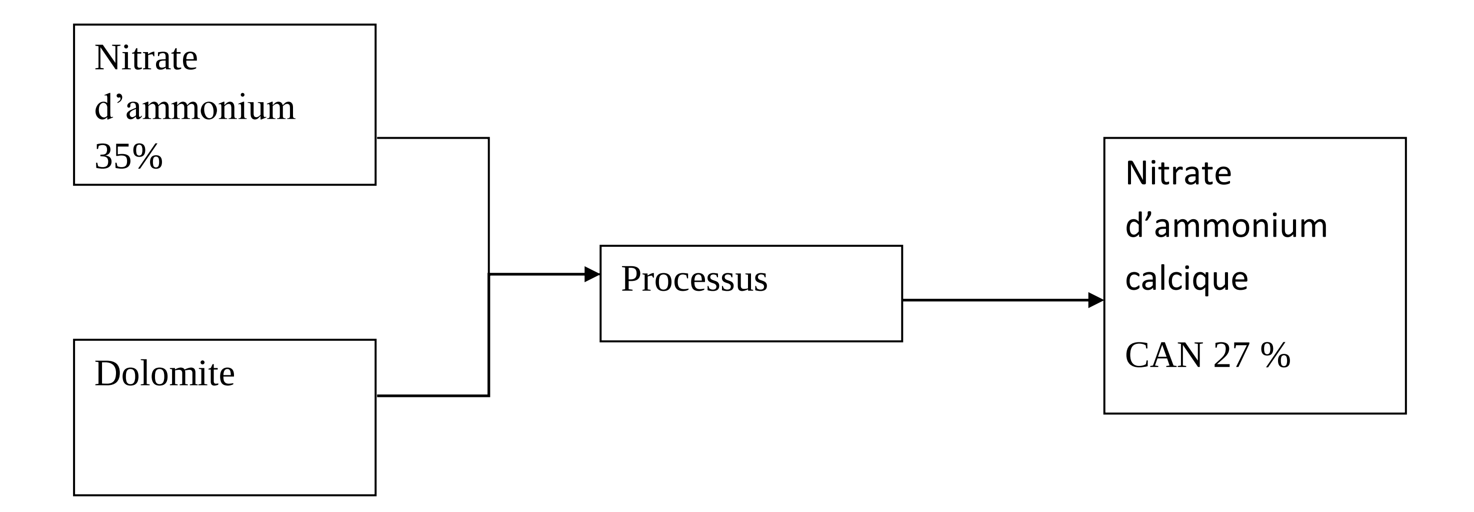


Figure 3 : Schéma du dosage de la dolomite



Photo 1 : Echantillon de la matière inerte « dolomite »

III.5. Généralités sur le nitrate d’ammonium calcique CAN 27%

III.5.1. Identification du produit [15]

Nom du produit: engrais azotés minéraux simples avec amendements secondaires.

Emploi du produit: engrais dans l'agriculture.

Mode d'emploi: employé comme amendement de différentes cultures agricoles.

III.5.2. Propriétés physiques et chimiques

Informations générales :

- Formule chimique : 5 $Ca(NO_3)_2$. NH_4NO_3. 10 H_2O
- État physique:Solide
- Couleur:Gris à beige
- Odeur:Inodore

Informations relatives à la santé, la sécurité et l'environnement

- pH (10 % solution aqueuse, 200 °C) : 5,5– 7,5
- Point ou intervalle d'ébullition °C : Le produit se décompose.
- Inflammabilité (solide, gaz) °C : Non déterminé.
- Limites d'explosivité: vol % : Cette substance n'est pas classée comme explosive.
- Solubilité (préciser des solvants) g/l : Non déterminé.
- Hydro solubilité (200 °C) g/l : Partiellement soluble (contient dolomite).
- Densité apparente kg/m^3 : 1000 - 1100
- Taux d'évaporation : Non déterminé
- Point ou intervalle de fusion °C : 169 °C
- Température d'auto-inflammation °C : Substance n'est pas auto-inflammable.
- Température de décomposition °C : > 200 °C
- Autre: Les engrais sont hygroscopiques.

III.5.3. Identification des dangers du CAN27% [15]

L'engrais nitrate d’ammonium calcique n'est pas classé comme matière dangereuse.

III.5.3.1.Principaux dangers

Pour la santé de l'homme : Ce produit n'est pas dangereux lors d'une manipulation conforme aux prescriptions.

Une exposition prolongée peut irriter la peau, les yeux, le nez et le système digestif.

Pour l'environnement : Lors d'une manipulation conforme aux prescriptions sans effets néfastes sur l'environnement.

III.5.3.2 Effets dangereux physico-chimiques

Le produit n'est pas classé comme matière dangereuse, décomposition à partir du point de fusion en dégageant des vapeurs toxiques qui contiennent de l'ammoniac et l'oxyde d'azote.

Dangers particuliers: le produit n'est pas susceptibles d'auto-inflammation, mais favorisent la combustion même en l'absence d'air. Au contact des bases chaudes (par exemple) peut produire l'ammoniac.

III.5.4. Principaux symptômes des effets

- **Inhalation:** Une forte concentration peut irriter le nez et les voies aériennes supérieures.
- **Contact avec la peau:** Une certaine irritation possible après le contact prolongé ou répété.
- **Contact avec les yeux:** Une irritation possible après le contact prolongé ou répété.
- **Ingestion:** Probablement aucun effet en cas d'ingestion d'une quantité faible.
- L'ingestion de quantités importantes peut provoquer des troubles gastro-intestinaux, dans des cas extrêmes (surtout chez les très jeunes enfants), création de méthémoglobine et de cyanose (caractérisée par la coloration bleue autour de la bouche).

II.5.5.Matières Brutes du nitrate d'ammonium calcique

III.5.5.1 Les caractéristiques de la dolomite [16]

- Dimension du grain maximum 50µ
- Humidité: 4 % aprox.
- Composition:
  - -CaO: 31 – 32%
  - -MgO: 20 – 21%
- SiO2: 0,5 – 1,0%
- Perte pour calcination 47 – 48%

III.5.5.2 Les caractéristiques de l'agent anti-montant

Produit organique (sulfonâtes) dissous en huile minéral.

- Densité: 0,865 kg/dm^3 à 85ºC
- Viscosité: 27 CP à 85ºC
- Point de fusion: 80 – 85ºC
- Humidité: max. 1%
- Insoluble dans l'eau et soluble en dissolvants organique
- Contenu en matière active: 35% ± 2%
- Consommation: 0,5% de produit achevé

III.5.6. Préparation des Matières Brutes

Les matières brutes à utiliser pour produire le nitrate d'Ammonium calcique à 27% N sont:

- Ammoniac (NH_3) liquide
- Acide Nitrique (HNO_3), solution
- Acide Sulfurique (H_2SO_4), solution du 98%
- Dolomite
- Anti-montant aditif
- MAP

III.6. Procédé de fabrication du nitrate d'ammonium calcique [17]

L'unité à une capacité de production de 700 Tm / jour de nitrate d'ammonium, étant possible fabriquer différents produits selon les spécifications suivantes :

- Nitrate d'ammonium calcique avec magnésium 27% perlé
- Nitrate d'ammonium 33.5 N %
- Nitrate d'ammonium 34.5 N %
- Nitrate d'ammonium technique
- Nitrate d'ammonium technique sans matière organique.

Afin de produire ces produits nous sommes en train d'adapter l'unité de nitrate II et pendant ce temps, pour fabriquer les deux dernierson utilise l'unité de nitrate I, qui restera hors service quand l'unité de nitrate II soit en production.

A l'être une unité de production similaire à la contemplée dans ce plan de qualité, toutes les procédures et instructions seront utilisées pour le contrôle du nitrate I.

Les principales étapes de la fabrication du CAN 27%

- Neutralisation A/B
- Concentration du nitrate d'ammonium et prilling
- Evaporation de l'ammoniac et conditionnement de l'air
- Refroidissement et préparation du produit fini
- Lavage de l'air de refroidissement de prilling

L'acide nitrique à 55% de concentration est préalablement chauffé à une température d'environ 74% est injecté au niveau de neutraliseur avec environ 2% d'acide sulfurique, l'ammoniac gazeux chauffé à une température de 85°c est également injecté au niveau du neutraliseur.

Les débits injectés sont contrôlés à l'entrée du neutraliseur pour maintenir un pH de 5.

La neutralisation est effectuée sous une pression de 0.2 bar et 140 °C suivant la réaction :

$$NH_3 + HNO_3 \longleftrightarrow NH_4NO_3 + Q$$

A la sortie de la neutralisation, la solution produite à une concentration qui peut varie entre

80% à 87% est envoyée à des concentrateurs verticaux E.3201 A/B où la solution du nitrate d'ammonium atteint une concentration de 99.8%, le produit est envoyé vers un homogénéisateur 31D04 ou la matière de charge (dolomite) est additionnée pour atteindre le but désiré.

Le nitrate produit sous forme de grain est récupéré au bas de tour et envoyé au refroidisseur Y.3208 à la bande transporteuse Y.3201

III.6.1.Neutralisation

Il y a deux sections de neutralisation identiques, Neutralisation -A et Neutralisation-B.

Evaporation de l'ammoniac

L'ammoniac liquide à 10°C et une pression de 6.3 bar venant soit de l'unité d'ammoniac soit du stockage intermédiaire d'ammoniac sera envoyé vers l'évaporateur E-3101A/B évaporé par de la vapeur à basse pression qui sera produite dans les neutraliseurs C-3101A/B.

Un courant secondaire de l'ammoniac liquide sera envoyé de la ligne d'alimentation à l'unité de refroidissement composé d'un filtre pour air frais E.3204, d'un séparateur de gouttelette ainsi que d'un réchauffeur d'air frais E.3202 et montée en amont du refroidissement de granulés. Le but de cette unité est de refroidir l'air jusqu'à une température inférieure au point de rosée.

Injection de l'acide nitrique

L'acide nitrique (concentration à 55%, cette concentration n'influe pas sur la qualité des nitrates) ayant une température de 38°C et une pression de 6 bar venant du stockage d'acide nitrique sera dirigé vers l'unité de nitrate. L'acide nitrique passe dans le réchauffeur d'acide pour atteindre la température de 74 °C par les vapeurs basics, puis une quantité d'environ 2% d'acide sulfurique lui est associé avant son injection dans le neutraliseur.

Neutralisation

L'ammoniac évaporé et l'acide nitrique chaud sont injectés séparément au bas du neutraliseur à travers des diffuseurs constitués de tubes en U et un séparateur, où une forte réaction aura lieu suivant la réaction :

$$NH_3\ (gaz) + HNO_3\ (aqueux) \longleftrightarrow NH_4NO_3\ (aqueux) + 323.3\ Kcal/Kg$$

La réaction produit une quantité importante de chaleur qui permet aux vapeurs basiques de se dégager et de concentrer la solution de nitrate d'ammonium formée à 80-87%, se produit en dégageant une quantité importante de chaleur et crée une circulation naturelle et continue à l'intérieur des neutraliseurs C.3101A/B. La solution chaude de 80 à 87 % sera dirigée vers le bac de nitrate d'ammonium T.3103A/B **(Voir figure 4. page 31).**

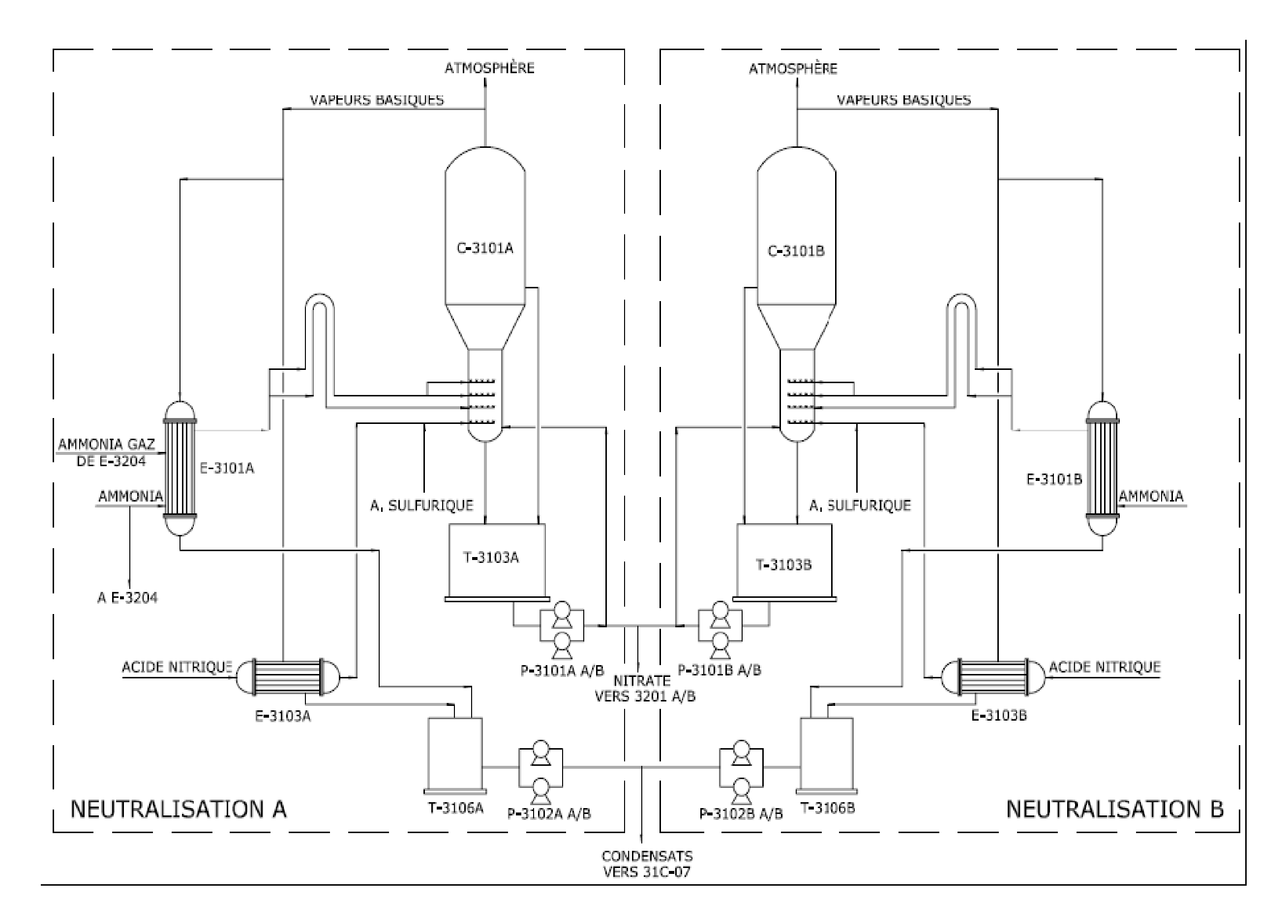


Figure 4 : Diagramme de section neutralisation

III.6.2. Concentration du nitrate d'ammonium

La solution de nitrate de 80 à 87% venant des bacs tampons T3103A/B de nitrate d'ammonium sera envoyée aux concentrateurs E-3201A/B, où le nitrate se concentrera jusqu'à 99.8%.

Après son passage dans les concentrateurs, le nitrate est vidé par gravité dans l'homogénéisateur 31D04.

L'homogénéisateur 31D04 est le bac dans lequel les éléments suivants sont mélanges :

- La matière de charge (dolomite)
- Le rejet du crible
- MAP

L'agitateur 31K-04 assure un brassage efficace de façon à assurer une fusion complète du rejet du crible et une dispersion homogène de la matière de charge (dolomite) insoluble dans le nitrate.

Le mélange homogénéisé dans le 31K-04 coule par gravité vers les trois buses ou il est pulvérisé en gouttes le débit de nitrate.

Les buses comportent des plaques perforées, dont les trous sont continuellement nettoyés au moyen d'une brosse, qui tourne à une vitesse fixe.

Durant sa chute dans la tour de granulation, les gouttelettes sont refroidies par un courant d'air ascendant, aspiré à partir du bas de la tour par un ventilateur (21K-16) situé au sommet **(voir figure 5-6. page 33-34)**.

Les grains sont repris au-dessous de la tour par la bande transporteuse Y3201.

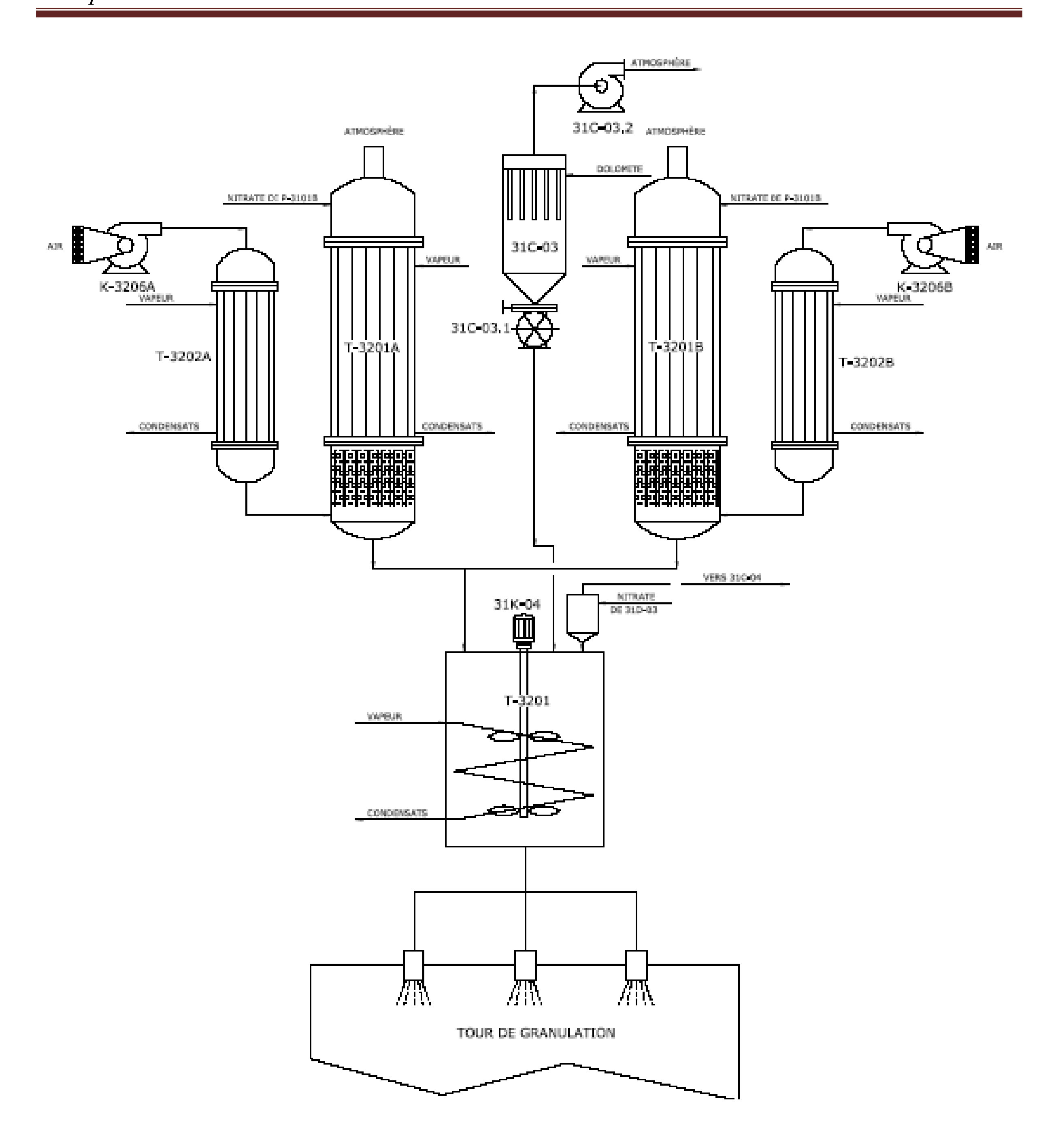


Figure 5 : Diagramme de concentration et granulation

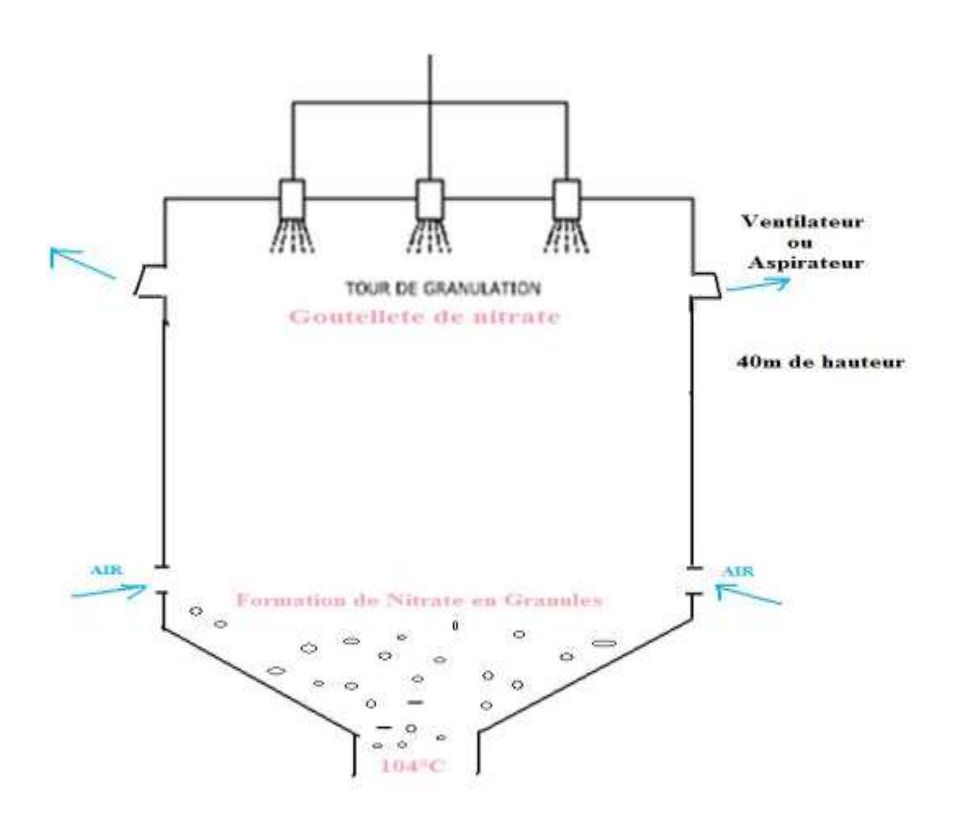


Figure 6 : Diagramme de la Tour de granulation

III.6.3. Evaporation de l'ammoniac et conditionnement de l'air

L'air est aspiré par le ventilateur KM-3204 A à travers le tambour de refroidisseur après être soumis à un traitement, puis envoyé vers la tour de granulation.

L'air doit se soumettre à un traitement par deux raisons :

- La chaleur
- L'humidité

L'ajustement de l'humidité relative est effectué par le chauffage de l'air à l'aide de la vapeur.

Le refroidissement de l'air est obtenu par évaporation d'ammoniac liquide dans le ballon B3206.

L'air passe à travers l'évaporateur d'ammoniac E-3204 A où on le refroidit à 9°C dans l'inter échangeur E-3203.A, l'air est réchauffé à 18°C afin d'obtenir une bonne humidité relative de l'air.

Un courant secondaire de l'ammoniac liquide sera envoyé de la ligne d'alimentation à l'unité.

Le refroidissement composé d'un filtre pour air frais E-3204 A, d'un séparateur de gouttelette ainsi que d'un réchauffeur d'air frais E-3203 A est montée en amont du refroidisseur. Le but de cette unité est de refroidir l'air jusqu'à une température inférieur au point de rosée.

III.6.4. Refroidissement et préparation du produit fini

Le nitrate granulé acheminé du bas de tour par la bande Y-3201 passe à travers l'émotteur

31K-06 pour rejoindre la bande Y-3204A qui l'envoi au tambour refroidisseur Y-3208A, où le nitrate est refroidie jusqu'à 30°C. A la sortie du refroidisseur une bande Y-3202 A portera le produit à l'élévateur à godets YM-3201A et au tamis vibrant Y-3212A, où le produit est séparé en trois fractions :

-La fraction correspondante à la granulométrie demandée est envoyée au tambour d'enrobage Y-3210 puis au stockage comme produit fini.

-Les fins sont recyclées à l'homogénéisateur 31D04 à travers d'une bande transporteuse pneumatique.

-Les gros sont broyés dans 31K-07 et ils se joignent aux fins pour les envoyer au 31D04.

Un produit anti-mottant est ajouté au produit fini dans l'enrobeur Y-3210 A au moyen de pulvériseurs avant d'être transporté vers l'unité de conditionnement et stockage par une bande transporteuse vers les silos à travers une série de bandes transporteuse **(Voir figure7.page 36)**

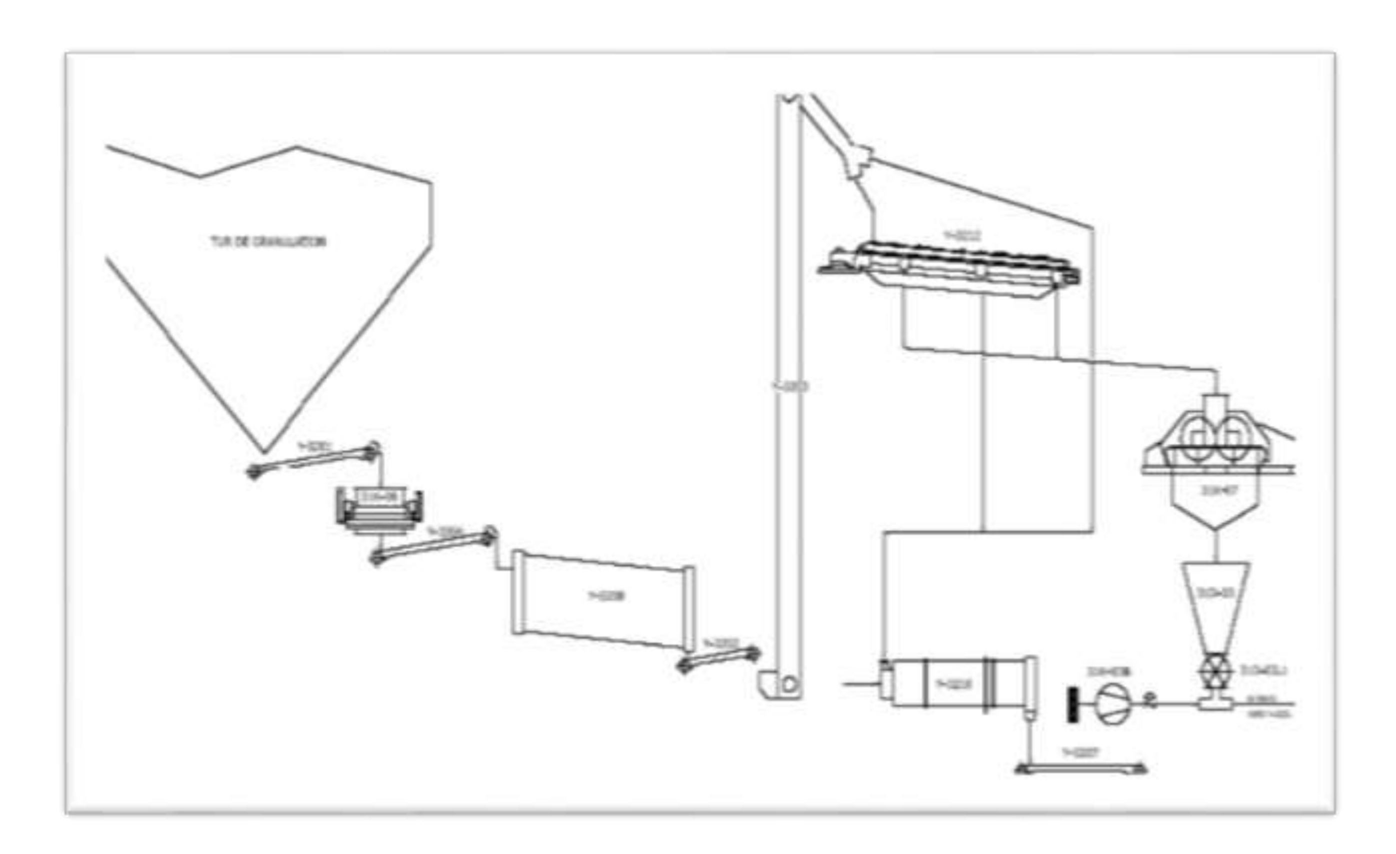


Figure 7 : Diagramme de refroidissement et préparation du produit fini

III.6.5. Lavage de l'air de refroidissement pour granulation

L'air provenant du concentrateur sera unit à celui de la tour de granulation pour être traité dans le système de lavage 31C-04. Dans ce laveur on ajoutera l'eau en circulation dans chaque venturi, qui sera séparée de l'air dans une colonne en lui ajoutant une solution dérivante du laveur 31C-07.

L'eau en circulation du laveur principal est pompée et refroidie avec l'eau de mer et une partie sera traité et filtré afin d'éliminer les solides retenus dans le laveur. Une grande partie sera envoyée à nouveau au système du lavage, une autre partie sera récupérée pour son utilisation dans la production des liquides ou bien dans l'unité et les solides séparés regagnent le dépôt de la dolomite par la bande.

L'air froid saturé et exempt des tambours refroidissant et l'air de l'extérieur, qui ferme la balance d'air et il la désature pour son usage à nouveau dans la granulation.

L'air séparé de la première tour de lavage sera traité postérieurement dans une seconde colonne, où l'ammoniac et le nitrate d'ammonium entrainés par l'air jusqu'à 25 ppm seront éliminés. Dans ce laveur seront ajoutés les condensas du procédé de nitrate d'ammonium et une partie de la solution sera envoyée au premier système de lavage.

III.6.6. Stockage et chargement

Le nitrate d'ammonium en tant que produit fini est envoyé à l'unité de conditionnement et stockage au moyen d'une série de bande transporteuses.

Le nitrate granulé qui est stocké dans les trémies d'une capacité devra être ensaché et pesédans des sacs conformes à l'emballage et destiné à la vente.

IV. Les analyses physico-chimiques du CAN27

IV.1. Introduction

Les échantillons représentatifs prélevés de l'unité de la production du nitrate d'ammonium calcique ont subi une gamme d'analyse durant les 40 jours à fréquence quotidienne.

Les résultats obtenus sont illustrés ci-dessous **(voir tableau 2.)**

Ces analyses ont porté sur la :

- Détermination du pH (potentiel d'hydrogène).
- Détermination de la granulométrie.
- Détermination de l'azote Total.
- Détermination de l'azote Ammoniacal.
- Détermination de l'azote Nitrique.
- Détermination des nitrates calciques.
- Détermination de la teneur en H_2O.
- Détermination de la teneur en CaO et MgO dans le CAN27.
- Détermination de la teneur en sulfates.
- Détermination de la dureté des grains.
- Détermination de la teneur en huiles (matières organiques).
- Détermination de la densité.

VI.2. Echantillonnage

Les échentillons prélevés de l'unité de fabrication ou du stockage doivent etre représenttifs du milieu à étudier, c'est pourquoi il faut prendre certaines précautions pour que les caractéristiques de l'échantillon soient toujours conformes à celles du milieu.Tandis que la qualité d'une analyse dépend de :

- L'échantillon à analyser (bien représentatif)

- Conservation de l'échantillon

-La mesure doit étre faite le plutôt possible

-L'interprétation des résultats dépond de la confiance que l'on peut avoir dans la méthode d'analyse et des expérimentateurs.

IV.3. Les analyses des matières premières [18]

IV.3.1. Détermination de la teneur en eau contenue dans l'ammoniac

Objet

Cette instruction définit la méthode analytique pour déterminer la teneur en eau contenue dans l'ammoniac et la détermination par calcul de la concentration de l'ammoniac.

Principe

L'état physique de l'ammoniac varie avec la température, à une température de – 33°C l'ammoniac est liquide, mais dés que la température commence à augmenter après le prélèvement de l'échantillon, elle passe à l'état gazeux et commence à s'évaporer. On continue l'évaporation contrôlée avec de l'eau à la température ambiante jusqu'à ce que le volume du liquide dans l'ampoule centrifuge ne varie plus.

Equipements et matériels

- 02 tubes centrifuges gradués de 100 ml
- Bain marie sous hotte
- Pierre ponce
- Balance

Réactifs

Pas de réactifs.

Mode opératoire

-Bien nettoyer et sécher les deux tubes centrifuges, introduire de la pierre ponce dans les deux tubes centrifuges pour diminuer les soubresauts.

-Remplir chaque tube avec 100 ml d'échantillon et relever la pression dans le réservoir afin de déterminer le facteur d'évaporation.

-Fixer chaque tube dans un vase thermostat préalablement rempli d'ammoniac liquide et laisser l'ammoniac s'évaporer sous la hotte.

-Après évaporation, laisser les tubes au repos à la température ambiante au moins 15 mn et relever le volume du résidu liquide dans chaque tube.

Expression des résultats

$$H_2O\ \% = \frac{B \times C \times E \times D2 \times 100}{V \times D1}$$

B : volume en ml du résidu.

C : poids en gramme de la quantité H_2O dans le résidu en supposant que la teneur en ammoniac est de 30% à 20°C.

E : facteur d'évaporation de l'ammoniac en fonction de la pression du bac de stockage.

D1: densité de l'ammoniac liquide (= 0, 682 g/ml pour l'ammoniac à – 33°C)

D2: densité du résidu égale à 0, 896 en supposant que la teneur en ammoniac est de 30% à 20°C.

V : volume d'échantillon utilisé en ml.

Calcul de la pureté de l'ammoniac

% NH_3 = 100 - % H_2O

Fréquences

Unités de production : 1 fois par jour et à la demande.

Bac de stockage : avant chaque chargement de navire et à la demande.

IV.3.2.Détermination de la concentration de l'acide nitrique

- **Par volumétrie**

Principe

La détermination de la concentration de l'acide nitrique se fait par la méthode de neutralisation par la soude caustique en présence d'un indicateur coloré approprié.

Equipement, matériels et réactifs

- Erlenmeyer de 100ml
- Pipette de 2 ml
- Pro pipette
- Burette graduée de 50 ml
- Balance de précision
- Hydroxyde de sodium à 1 N
- Acide sulfurique à 1 N
- Indicateur rouge de méthyle.

Mode opératoire

-Prendre un erlenmeyer de 100ml, préalablement séché et refroidi, muni de son bouchon et y introduire avec les précautions nécessaires un volume V_1 de 20 ml de soude caustique à 1 N à l'acide d'une burette de Mohr.

-Peser l'erlenmeyer sur une balance de précision micro analytique et relever le poids : soit P_1.

-Ajouter 2 ml d'acide nitrique à analyser en prenant soin de ne pas toucher les bords de l'erlenmeyer avec la pipette de prélèvement.

-Laissez au repos pendant 10 mn et soulever le bouchon pour équilibrer les pressions

-Peser une seconde fois sur la balance de précision micro analytique et relever le poids : soit P_2.

-Calculer le poids d'acide nitrique introduit : soit $P= P_2 – P_1$

-Rincer le bouchon et les parois de la fiole avec de l'eau déminéralisée.

-Ajouter deux gouttes de rouge de méthyle. Titrer avec la soude caustique 1N jusqu'au changement de la coloration qui passe du rouge au jaune et relever le volume coulé soit V_2.

Expression de résultat

$$\% \ HNO_3 = \frac{0.6302 \times N \times V \times 100}{P}$$

Milliéquivalent gramme de HNO_3 : 0.6302

$V = V_1 + V_2$ soit le volume total de NaOH.

$P = P_2 - P_1$ soit le poids réel pesé de HNO_3 nécessaire au titrage de HNO_3.

➢ Par densité

Principe

La densité est le résultat de la masse du liquide par unité de volume. Elle est exprimée en Kg/l en fonction de la température. Le tableau F 6002 ARZ **(voir annexe 4)** donne la correspondance entre la densité corrigée à 15 °C et la concentration de l'acide nitrique.

Equipement et matériels

- Eprouvette graduée de 250 ml
- Entonnoir en verre
- Densimètres couvant la plage de 1.100 à 1.400 avec des graduations permettant la lecture de 0.0005 Kg/l **(voir photo 2.page 43)**
- Thermomètres de 10 à 50 °C
- Gants antiacides.

Mode opératoire

-Remplir l'éprouvette graduée de 100 ml à l'acide d'un entonnoir par l'échantillon d'acide nitrique.

-Introduire le densimètre approprié dans l'éprouvette et laisser reposer jusqu'à sa stabilité avant de relever la valeur de la densité : soit d.

-Introduire immédiatement le thermomètre dans l'éprouvette pour lire la température à laquelle vous avez relevé la valeur de la densité : soit t.

Expression des résultats

La concentration de l'acide nitrique est obtenue par la combinaison de la densité et la température de l'échantillon avec un facteur de correction donné par le tableau F6002ARZ. **(Voir annexe 4)**

dc = d + [(t – 15) × f]

La concentration en % HNO_3 est donnée par le tableau de correspondance F6002ARZ en prenant la valeur correspondante à celle de la densité corrigée.

d : densité de l'échantillon lue.

dc : densité corrigée.

t : température de l'échantillon au moment de la lecture de la densité.

f : facteur de correction donnée par le tableau F6002ARZ dans l'annexe 4en fonction de la valeur de la densité.



Photo 2: Image prise pendant l'analyse de l'acide nitrique

IV.4. Les analyses des paramètres du produit fini (CAN 27) [18]

IV.4.1. Détermination du pH à 10%

Principe

La mesure du pH est réalisée par la différence de potentiel entre une électrode en verre et une électrode de référence baignant dans la solution.

Equipement et matériels

- pH mètre
- Balance de précision
- Matériels courant du laboratoire

Mode opératoire

-Dissoudre 10g de CAN 27% dans l'eau pure en agitant jusqu'à dissolution complète.

-Rincer l'électrode du pH – mètre avec de l'eau puis mesurer le pH de la solution.

Expression des résultats

La valeur du pH est affichée directement sur l'écran du pH- mètre à 0.1 unité prés.

(Voir Photo 3.page 44)



Photo 3 : pH mètre

IV. 4.2. Détermination de la granulométrie

Principe

La granulométrie est déterminée par le tamisage à sec d'un échantillon de CAN27 sur plusieurs tamis de différentes mailles, placés sur un tamiseur mécanique. [19]

Equipements et matériels

- Tamiseur mécanique qui peut transmette des mouvements verticaux et horizontaux à l'ensemble des tamis **(voir photos 4.page 46)**
- Tamis en toile métallique en acier oxydable avec couvercle et un récipient pour recueillir le produit qui passe à travers tous les tamis
- Balance de précision.

Mode opératoire

-Superposer les tamis par maille décroissante (4.75mm, 3.35mm, 2mm, 1mmet <1mm)

-Placer l'échantillon sur le tamis supérieur, fermer avec le couvercle.

-Montrer la colonne des tamis sur le tamiseur mécanique et le mettre en fonctionnement pendant 10 minutes.

-Retirer les tamis et peser les quantités retenus dans chaque tamis ainsi celles retenues dans le récipient du fond.

-Calculer la somme des quantités retenues dans les tamis.

Expression des résultats

Calculer le pourcentage en masse du produit retenu dans chaque tamis suivant la formule :

$$X_n = \frac{Mn}{Mt} \times 100$$

Tel que :

X_n : pourcentage en masse du produit retenu dans le tamis (n)

M_n : la masse du produit retenu dans le tamis (n)

-M_0 : la masse du produit retenue dans le fond

-M_t : la masse de l'échantillon ($M_t = M_0 + M_1 + \ldots\ldots + M_n$).



Photo 4 : Tamiseur mécanique

IV. 4.3. Détermination de l'azote total

Principe

L'azote contenu dans le CAN 27 se trouve sous forme ammoniacale et nitrique.

$N_{\mathbf{total}} = N_{NH3+} + N_{NO3}$

Le dosage de l'azote total passe par la réduction avec l'alliage Dewarda des ions nitrates en ions NH_4^+ milieu alcalin et par la distillation en milieu fortement basique tout transformer l'ion ammonium sous sa forme volatile NH_3.

La soude caustique NaOH libère l'ammoniac qui est entrainé par la vapeur d'eau lors de la distillation.

Equation de distillation

$$NH_4^+ + NaOH \longrightarrow Na^+ + NH_3 + H_2O$$

Les vapeurs d'ammoniaque sont condensées au contact d'un réfrigérant et recueillies dans une solution contenant l'indicateur Taschiro et une solution d'acide fort.

Equipement, matériel et réactifs

- Appareil de distillation
- Balance de précision
- Matériels classique du laboratoire
- Tube de digestion
- Eau pure
- Ethanol
- Alliage de Dewarda
- Phosphate di potassique
- NaOH 35% : dissoudre 350g de NaOH dans 1000 ml d'eau pure
- H_2SO_4 0.5 N
- Solution d'acide fort : Dissoudre 100g d'acide borique dans 9 litres d'eau pure. Dissoudre 100mg de vert de bromocrésol dans 100ml d'éthanol 95%. Mélanger la solution de l'acide borique avec 100ml de solution de vert de bromocrésol et 70ml de rouge de méthyle et compléter à 10 l avec de l'eau pure.

Mode opératoire

-Peser une quantité d'environ 0.3g de l'échantillon CAN 27 et l'introduire dans le tube de digestion.

-Dissoudre cette quantité avec 30ml d'eau pure en agitant la solution.

-Ajouter successivement, en prenant soin de fermer le tube de digestion avec le bouchon après chaque opération : 5ml d'éthanol, 0.2g de phosphate di potassique (afin d'éviter la formation d'hydroxyde de calcium) et 4g de l'alliage Dewarda.

-Allumer le distillateur automatique KJELTEC **(voir Photo 5.page 48),** attendre le temps d'initialisation.

-Fermer le vase de titration (outil > manuel > fermer).

-Ajouter 40ml d'hydroxyde de sodium à 35% dans le tube de digestion (outil > manuel > porte > fermer > NaOH > Ajouter).

-Laisser la réaction se dérouler pendant 30 minutes pour la réduction des ions nitrates en ions ammonium.

-Sélectionner, sur l'écran tactile, Analyse ensuite Express > Editer > Sélectionner Azote total > enregistrer. Saisir la quantité de l'échantillon (pesé) et lancer l'analyse en appuyant sur le bouton orange. [19].



Photo 5 : L'appareil KJELDAHL de distillation.

IV.4.4.Détermination de l'azote ammoniacal

Mode opératoire

-Peser une quantité d'environ 15g à 1mg près de l'échantillon de CAN 27, puis dissoudre cette quantité avec de l'eau pure dans une fiole jaugé de 500ml et bien agiter en complétant jusqu'au trait de jauge au fur et à mesure avec de l'eau pure.

-Introduire une aliquote de 25ml de la solution préparée de CAN 27 dans le tube de digestion de l'appareil KJELDAH.

-Ajouter successivement, en prenant soin de fermer le tube après chaque opération, 40ml d'eau pure, 5 ml d'éthanol, 0.2g de phosphate di potassique (afin d'éviter la formation d'hydroxyde de calcium et 40ml d'hydroxyde de sodium à 40%.

-Enlever le bouchon et installer immédiatement le tube de digestion sur l'appareil KJELDAHL de distillation.

La réaction doit se dérouler en vase clos afin d'éviter des pertes de NH_3 par dégagement.

-Plonger l'allonge dans l'erlenmeyer de récupération de distillat contenant 50ml d'acide sulfurique à 0.2 N avec la burette de précision et 5 à 6 goutte de l'indicateur Taschiro. Ce volume sera V_1.

-Mettre l'appareil KJELDAHL en service et appuyer sur la touche de distillation. La durée de distillation est de huit minutes. Puis dans l'ordre séparer l'allonge de l'appareil et rincer le réfrigérant et l'allonge avec l'eau pure et ajouter ce produit dans l'erlenmeyer de récupération de distillat.

-Le distillat recueilli dans l'erlenmeyer de 250ml sera titré avec de la soude caustique a 0.2 N. noter le volume V_2 coulé pour le titrage.

-Vérifier au moyen de réactif de Nessler l'absence d'ion ammoniums dans le tube KJELDAHL après la distillation. Dans le cas contraire l'analyse est ratée.

-Au préalable il faut réaliser un essai à blanc dans les mêmes conditions par les ajouts de réactifs mais sans l'échantillon, lequel est remplacé par 10 ml d'eau pure, le volume de NaOH coulé sera V_3.

IV.4.5. Détermination de l'azote Nitrique

La détermination de l'azote nitrique dans le CAN27 se fait par calcul :

% N_2 Nitrique = %N_2 Total - %N_2 Ammoniacal

IV.4.6.Détermination de la teneur des nitrates de calcium $Ca(NO_3)_2$

Principe

La détermination des nitrates de calcium $Ca(NO_3)_2$ se fait par dosage complexométrique avec l'EDTA dans un milieu basique et en présence d'un indicateur coloré.

Equipements et matériels

- Balance de précision
- Agitateur
- Papier filtre
- pH mètre
- Matériels classiques du laboratoire

- NaOH 1N
- Murexide : dissoudre 0.1g de murexide dans 100ml d'eau pure.
- EDTA 0.02N : 3.722g EDTA dans 1000 ml d'eau pure.

Mode opératoire

-Dissoudre 5g d'échantillon de CAN27 dans 50 ml d'eau pure, agiter pendant 30 minutes puis filtrer la solution à l'aide d'un papier filtre.

-Dans une fiole de 100 ml prendre 5ml du filtrat et compléter jusqu'au trait de jauge.

-Verser la solution dans un bécher et ajouter NaOH 1N jusqu'à pH =12.

-Ajouter quelques gouttes de murexide.

-Titrer avec EDTA 0.02N **(Voir Photo 6.page 51)**

Expression des résultats

$Ca(NO_3)_2$ = V×N× meq× (100/5) ×100/p

Tel que :

V : volume coulé d'EDTA

N : normalité 0.02N

meq : 0.082

P : poids de l'échantillon



Photo 6:Détermination de la teneur des nitrates de calcium $Ca(NO_3)_2$

IV. 4.7. Détermination de la teneur en eau dans le CAN27%

Principe

L'analyseur d'humidité est destiné à déterminer le taux d'humidité du CAN27 selon le principe de la thermogravimétrie qui consiste en la variation de masse de l'échantillon de CAN 27en fonction de la température.

Equipements et matériels

- Coupelle
- Analyseur d'humidité
- Pince

Mode opératoire

-Allumer l'analyseur d'humidité sélectionner le programme approprié (programme <CAN27%< charger <quitter <<). [19]

-Ouvrir la chambre à échantillon et poser en utilisant la puce, une coupelle préalablement séchée à l'étuve.

-Tarer la coupelle.

-Répartir environ 5g d'échantillon de manière régulière sur la coupelle.

-Lancer la mesure en cliquant sur le bouton démarrer, la chambre à échantillon à ferme automatiquement.

-Atteindre 11 minutes et lire la valeur sur le clavier.

-Retirer la coupelle, récupérer l'échantillon, laver la coupelle et la sécher à l'étuve puis la mettre dans le dessiccateur.

Expressions des résultats

Lire les résultats affichés sur l'écran de l'analyseur d'humidité. **(Voir Photo 7.page 52)**



Photo 7 : analyseur de l'humidité

IV.4.8.1.Détermination du CaO et MgO dans la dolomite

Mode opératoire

-Prendre 0.5g de dolomite et mettre au chaud avec 30ml HCL concentré durant une demi-heure. **(Voir photo 8.page 55)**

-Verser le mélange dans une fiole de 500ml et compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée.

CaO

- Prendre une aliquote de 10ml dans un erlen et ajouter 100ml d'eau déminéralisée.

- Ajouter NaOH 1N jusqu'à pH =12.
- Ajouter quelques gouttes de murexide.
- Titrer avec EDTA 0.02N (V1). **(voir photo 10.page 55)**

<u>MgO</u>

- Prendre une deuxième aliquote de » 10ml dans un erlen et ajouter 100ml d'eau.
- Ajouter la solution tampon (pH =10) jusqu'au pH =10.
- Introduire quelques gouttes de Net (environ 5).
- Titrer avec EDTA 0.02N (V2). **(voir photo 9.page 55)**
- Entrer (V1) et (V2) dans le programme Excel qui fera les calculs

IV.4.8.2.Détermination du CaO et MgO dans le CAN27

Principe

Le dosage du calcium est un titrage complexométrique par l'EDTA en milieu alcalin à un pH d'au moins 12, obtenu par l'introduction de potasse dans la solution.

La détermination du titre en magnésium provient du titrage complexométrique de la somme « Calcium + Magnésium » par l'EDTA en milieu tamponné à un pH égal à 10, obtenu par l'introduction de tampon ammoniacal dans la solution.

Equipement et matériel

- Balance de la précision
- Papier filtre N°44
- Matériels classique du laboratoire
- NaOH 1N
- EDTA 0,02N : 3,722g EDTA dans 1000 ml d'eau pure
- Solution tampon pH =10, 34g NH_4Cl + 285ml NH_4OH à 25% + 200g sodium
- Potassium tartrate puis compléter à 1000 ml avec l'eau pure
- Murexide : 0,1g de murexide + 100 ml l'eau pure
- NET : 1,000g NET + 200g TEA + 300ml d'eau pure.

Mode opératoire

-Peser environ 2g de l'échantillon CAN27% et les transvaser dans une fiole jaugée de 500ml.
-Dissoudre en ajoutant dans la fiole 400 ml d'eau pure et compléter jusqu'au trait de jauge.

-Filtrer la solution avec un papier filtre N44° et laver le précipité plusieurs fois avec de l'eau pure de telle sorte à éliminer toute la quantité de nitrate d'ammonium , le produit retenu par le filtre qui n'est que la dolomite est transvasé dans une fiole de 500 ml.

-Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique concentré et chauffer pendant 30 minutes puis compléter avec de l'eau pure jusqu'au trait de jauge.

-Prélever à l'aide d'une pipette une aliquote de 10 ml et les transvaser dans un erlenmeyer puis ajouter : 100ml d'eau pure, NaOH 1N jusqu'à un pH égal à 12 et quelques gouttes de murexide.

-Titrer avec EDTA 0,02 N

-Noter le volume V_1

-Prélever à l'aide d'une pipette une deuxième aliquote de 10 ml et les transvaser dans un erlenmeyer puis ajouter : 100 ml d'eau pure, solution tampon pH= 10 et quelque goutte de NET

-Titrer avec EDTA 0,02 N

-Noter le volume V_2.

Expression des résultats

Les résultats se calculent par le programme Excel

$$CaO\% = \frac{V1 \times N \times meqCaO \times F \times 100}{P}$$

- V_1 : Volume en ml d'EDTA 0,01 N
- N : 0,02 N
- meqCaO : 0,028
- P : masse de l'échantillon
- F = 500/ 10

$$MgO\% = \frac{V \times N \times meqMgO \times F \times 100}{P}$$

- V = V2 – V1
- N : 0,02 N
- meqMgO : 0,02O15
- P : masse de l'échantillon
- F : 500/10



Photo 8 : Image prise pendant le réchauffement d'échantillon

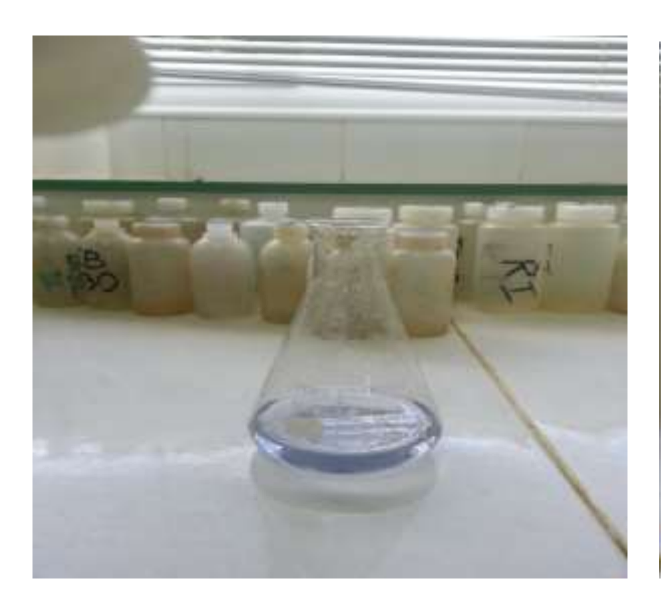


Photo 9 : Solution de la teneur en MgO



Photo 10 : Solution de la teneur en CaO

IV. 4.9. Détermination de la teneur en sulfates

Principe

Les chlorures de baryum forment un précipité blanc avec les ions sulfates.

La quantité de sulfate de baryum mesurée par spectrophotomètre UV- visible.

(Voir Photo 11.page 57)

Equipements et matériels

- Spectrophotomètre
- Balance de précision
- Papier filtre

Acide acétique à 10% :

- 10ml d'acide acétique
- 10ml d'eau pure

Chlorures de baryum stabilisé avec la gamme arabique

- Dissoudre 100 g de $BaCL_2$ dans 500ml d'eau pure (solution A)
- Chauffer 200 ml d'eau pure jusqu'à une température de 90°C, puis ajouter 10g de gomme arabique et agiter jusqu'à dissolution complète (solution B)
- Mélanger la solution A et la solution B puis compléter avec de l'eau pure jusqu'au trait de jauge
- Attendre 48 heures pour stabiliser.

Mode opératoire

-Dissoudre 1 g de CAN27% dans 1000ml d'eau pure.

-Filtrer la solution à l'aide d'un papier filtre.

-Prélever à l'aide d'une pipette : 10ml du filtrat et les transvaser dans une fiole de 100ml et 1ml d'acide acétique à 10% 5ml de la solution de chlorure de baryum stabilisé avec la gomme arabique, en évitant d'agiter la solution.

-Compléter avec de l'eau pure jusqu'au trait de jauge.

-Après l'ajout des réactifs et à fin d'amorcer la réaction renverser la fiole sans agitation pour éviter la turbidité.

-Attendre 15minutes.

-Passer l'échantillon au spectrophotomètre (méthode > sulfates CAN27%> ajouter de nouvelles mesures à ce classeur).

Expression des résultats

Lecture directe du pourcentage des sulfates présents dans la solution**.**



Photo 11: Appareil de spectrophotomètre

IV.4.10. Détermination de la dureté des grains

Principe

Un test de dureté consistant à mesurer la force d'écrasement de grains.

Equipements et matériels

- Durométre **(voir photo 12.page 59)**
- Pince

Mode opératoire

-La mesure de la dureté se base sur :

-La sélection des grains d'un diamètre entre 2mm et 3 mm

-La sphéricité des grains

-La répétabilité des résultats (nombre de mesure ≥20) en suivant les étapes :

-Placer le grain en contact avec la surface de l'appareil

-Appliquer une force (lors de l'impact le grain se casse).

-Noter la valeur maximale affichée lors de l'opération

-Répéter la mesure 20 fois

-Calculer la moyenne des résultats.

Expression des résultats

On mesure plusieurs fois la dureté des grains, ceci permet de prendre en compte la totalité de la chaine de mesure et les erreurs humaines.



Photo 12 : Appareil Durométre

IV.4.11. Détermination de la teneur en huile dans CAN27%

Principe

Les substances organique présente dans le nitrate d'ammonium calcique sont solubles dans un solvant organique et sont déterminée par extraction et ensuite le étuve par la méthode gravimétrique

Equipement et matériel

- Appareil de Soxhlet muni d'un ballon de 500 ml et d'une extraction de 200 m
- Matériel commun de laboratoire Fioles jaugées, bécher, pipette
- Balance de précision
- Chauffage ballon
- Dessiccateur
- Coton hydrophile
- Bécher
- Tubes à essais avec bouchon caoutchouc

Réactifs

Tétrachlorure de carbone ou chloroforme

Mode opératoire

Dosage

Introduire une prise d'essai de 50 g dans un extracteur de Soxhlet

Couvrir d'une couche de coton hydrophile exempt de la matière grasse et adapter l'extracteur au réfrigérant et au ballon contenant 125 ml de solvant organique (Tétrachlorure de carbone ou Chloroforme)

Effectuer environ 20 extractions successives, une fois la dernière extraction terminée, arrêter le chauffage et retirer le ballon et transvaser le contenu dans un bécher préalablement taré, en rinçant le ballon et l'extracteur avec le solvant organique utilisé. **(Voir photo 13.page 61)**

Evaporer à sec à 80 °C pendant 1heure et peser après refroidissement dans un dessiccateur

Noter la masse de résidu soit : M

Essai à blanc

Introduire 50 g de CAN 27 prélevé du bas de la tour de granulation et placer l'échantillon à analyser, opérer selon les indicateurs du paragraphe

Peser le résidu éventuel soit : m **(voir photo 14.page 61)**

Expression de résultat

$$\% \text{ C} = \frac{(M - m) \times 100}{P}$$

P = masse en milligramme de la prise d'essai

M = masse en milligrammes du résidu obtenu

M= masse en milligramme du résidu éventuel obtenu lors de l'essai à blanc

1% correspond à 10000 ppm

0,001% correspond à 10 ppm



Photo 13 : Image de l'analyse par extraction



Photo 14 : Présente la matière organique contenue dans le CAN 27%

IV.4.12. Détermination de la densité

Principe

La densité apparente du produit analysé est celle qu'on obtienne quand on verse à partir un entonnoir de dimension déterminée vers un cylindre granulée le volume connu et pesage du contenu du cylindre

Equipement et matériel

- Eprouvette en verre sans pique
- Entonnoir fermement monté
- Spatule d'environ 120 mm
- Balance de précision **(voir photo 15. Page 63)**
- Matériel classique de laboratoire

Réactifs : Pas de réactifs

Mode opératoire

-Monter l'équipement pour la détermination de la densité apparente non compactée.

-Verser avec l'entonnoir fermé une quantité d'engrais pour remplir l'éprouvette graduée.

-Quand le cylindre est rempli, enlever l'excès d'engrais en arasant avec la spatule, éviter les vibrations

-Peser le volume du cylindre avec une précision de 1g

-Relever le volume occupé avec la grande précision par le produit dans l'éprouvette.

Expression du résultat

$$D = \frac{M}{V}$$

M : poids de l'échantillon pesé

V : volume occupé par l'échantillon



Photo 15 : Balance de précision

IV.5. Résultats et interprétations des analyses

Pour bien préciser et contrôler la qualité du produit fini à la sortie de l'unité de fabrication, on a prélevé des échantillons de 15 jours pour des analyses physico-chimiques de tous les paramètres du CAN27. Les résultats obtenus sont illustrés ci-dessous. **(Voir tableau 2)**

Néanmoins quelques anomalies sont enregistrées dans le tableau où les valeurs obtenues ont été parfois hors de la norme par rapport aux spécifications du design [16] **(voir annexe 1)** dues d'une part aux paramètres de fonctionnements tels que la pression, la température et d'autre part à l'azote total, la granulométrie et surtout à l'humidité.

Ainsi qu'un suivi d'analyse de 2 jours pour les matières premières tel que l'ammoniac, l'acide nitrique et la matière inerte « la dolomite » **(voir tableau 2 .1),** ou les valeurs obtenues des produits (matières premières) ont été conformes par apport aux celles du design.

(Voir annexe 2).

Discussion

Les nitrates calciques $Ca(NO_3)_2$

Date	**Azote total%**	**$Ca(NO_3)_2$%**
09/03/2014	27,37	0,79
10/03/2014	27,68	0,98
11/03/2014	27,34	0,65
12/03/2014	27,66	0,84
13/03/2014	26,72	0,75
16/03/2014	27,17	0,64
17/03/2014	27,3	0,98
18/03/2014	28,49	0,65
19/03/2014	27,88	0,72
20/03/2014	26,35	0,77
23/03/2014	27,26	0,26
24/03/2014	26,45	0,65
25/03/2014	27,21	0,58
26/03/2014	26,73	0,62
27/03/2014	28,34	0,73
Valeur limite	**27±0.8**	**0.99**

Tableau 3 : Représente les valeurs obtenues par l'analyse du nitrate calcique

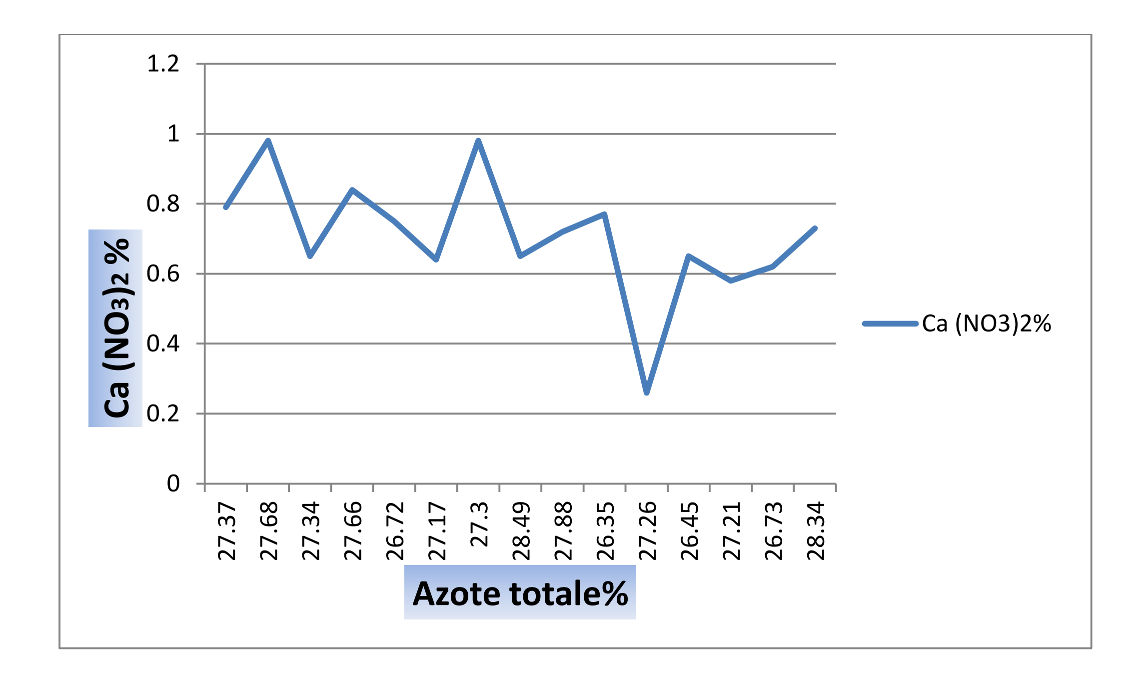


Figure 8 : Variation du nitrate calcique en fonction de l'azote totale

Graphiquement : selon la figure 8, on remarque que le taux de l'azote totale ne varie plus en fonction du nitrate calcique, il n'ya pas une relation entre les deux.

A la lumière des valeurs obtenues du tableau 3 ci-dessus et selon la courbe tracée, nous avons constaté que dans ce cas chaque paramètre est indépendant de l'autre.

CaO et MgO :

Date	Azote total%	(CaO%)	(MgO %)
09/03/2014	27,37	6,13	3,81
10/03/2014	27,68	6,15	3,79
11/03/2014	27,34	6,64	4,08
12/03/2014	27,66	6,62	4,05
13/03/2014	26,72	6,58	3,98
16/03/2014	27,17	6,37	3,25
17/03/2014	27 ,30	6,14	3,78
18/03/2014	28,49	6,42	3,27
19/03/2014	27,88	6,39	3,24
20/03/2014	26,35	6,85	3,28
23/03/2014	27,26	6,27	3,41
24/03/2014	26,45	6,41	3,06
25/03/2014	27,21	6,35	3,48
26/03/2014	26,73	6,12	3,81
27/03/2014	28,34	5,74	3,41
Valeur limite	27±0.8	7.0±0.9	3.0±0.75

Tableau 4 : Représente les analyses du CaO et MgO

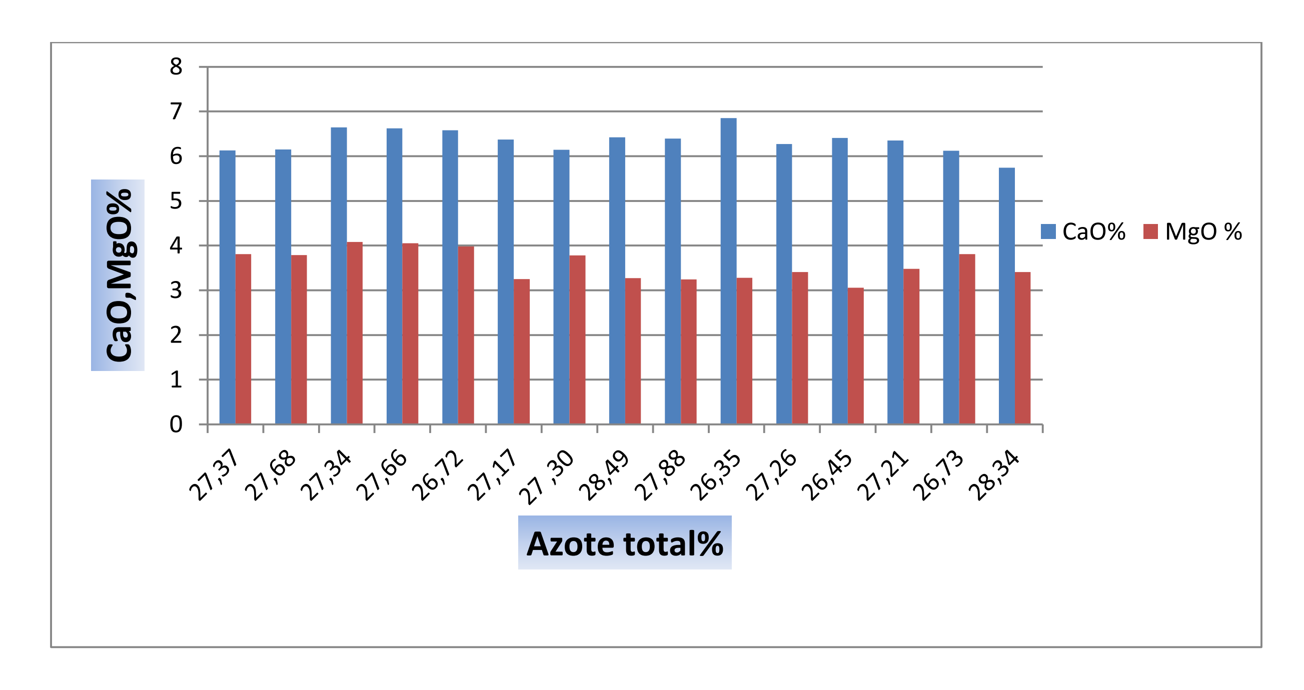


Figure 9 : Evolution du CaO, MgO en fonction de l'azote totale

Selon la figure 9, on remarque qu'il ya une relation proportionnelle entre l'azote total et CaO, MgO. L'ajoute de ces derniers diminue le taux de l'azote total à l'exception de quelques jours, dus à un problème de débit qui était un peu faible.

On conclut que le taux d'azote ne varie pas seulement en fonction de la quantité injecté de dolomite mais aussi des débits (solution de nitrate d'ammonium et la matière de charge dolomite).

La dureté :

Date	Sulfate %	Dureté
09/03/2014	0,49	3,15
10/03/2014	0,55	3,42
11/03/2014	0,46	3,08
12/03/2014	0,5	3,18
13/03/2014	0,51	3,19
16/03/2014	0,45	2,99
17/03/2014	0,52	3,21
18/03/2014	0,62	3,4
19/03/2014	0,65	3,46
20/03/2014	0,6	3,35
23/03/2014	0,48	2,61
24/03/2014	0,51	3,2
25/03/2014	0,4	2,73
26/03/2014	0,43	2,96
27/03/2014	0,96	3,6
Valeur limite	**0.95**	**3.5**

Tableau 5 : Représente les valeurs obtenues par les analyses de la dureté

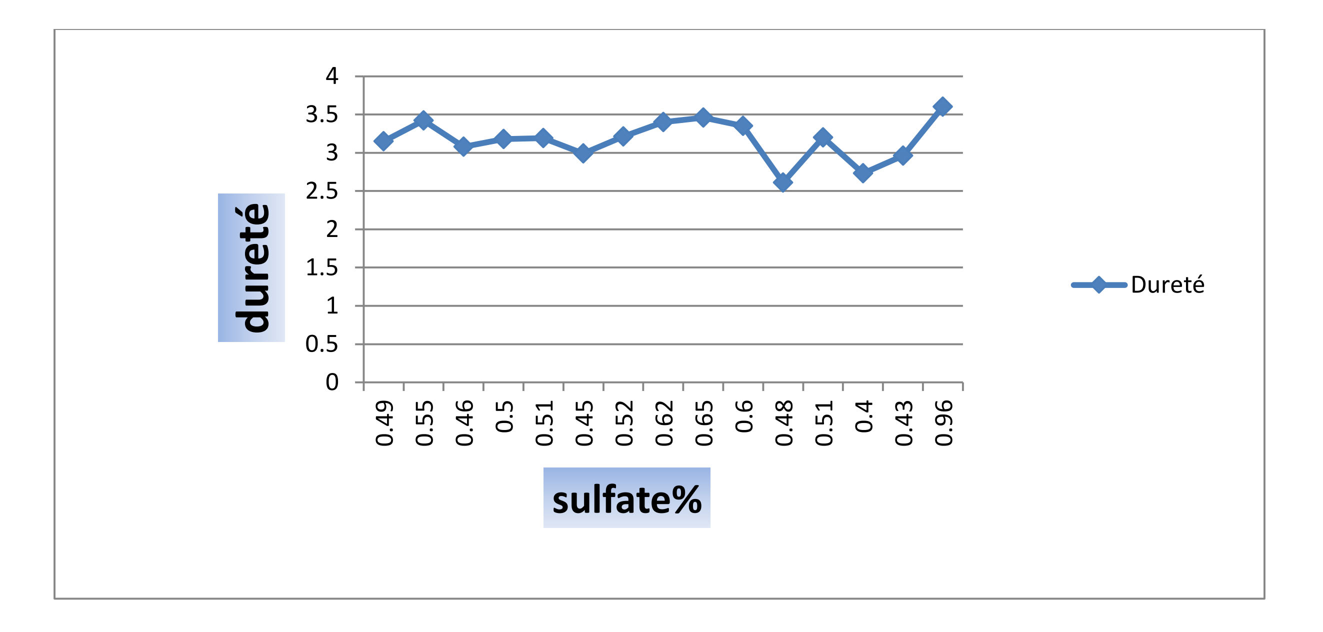


Figure 10 : Evolution de la dureté en fonction du sulfate

D'après la figure 10, on constate qu'il y a une relation proportionnelle entre la dureté et le sulfate.

Cela veut dire que chaque paramètre dépend et varie en fonction de l'autre, plus en ajoute les sulfates qui contiennent de l'acide sulfurique (en respectant toujours la valeur limite du design) plus les grains deviennent durs.

paramètres	**observations**	**recommandations**
L'azote total	Le taux d'azote est généralement instable mais reste dans les normes.	-Intervention sur place des personnels de la production par exemple : -Diminuer le débit de l'ammoniac par les vannes. -Mélanger deux produits ou l'intervalle du premier est au dessus et le deuxième au-dessous de la norme.
Humidité	Elle est généralement dans la norme	-Il faut bien contrôler tout les paramètres pendant les étapes de la production -Vérifier la concentration de l'acide nitrique et celle du nitrate ainsi que le débit et pression du VM.
Huiles	Les valeurs sont souvent dans les normes mais parfois elles sont très proches de la norme	-Assurer la fermeture de la vanne de pompe de l'anti montant.
pH	Il est toujours dans la norme	-Vérifier le pH surtout pendant la première partie de la neutralisation
Granulométrie	Elle est presque tous le temps dans la norme	-Assurer en premier lieu que les buses et les tamis vibreurs sont bien placés -vérifier le débit de la pompe d'anti mottant
Dureté	Elle est dans la norme	-Injecter la quantité suffisante et nécessaire de l'acide sulfurique.

Tableau 6 : Tableau récapitulatif des interprétations et recommandations

IV.6. Contrôle et qualité du produit fini stocké

IV.6.1. Introduction

Pour obtenir un produit fini de bonne qualité qui répond aux spécifications, il ne suffit pas de faire uniquement un suivi d'analyse pour les échantillons prélevés de l'unité de la production mais aussi durant la période du stockage, qui pose actuellement un problème sérieux pour le complexe FERTIAL de :

-Non satisfaction des exigences de la qualité du produit.

-Arrêt d'expédition au client sur les commandes.

Car la marchandise se colmate facilement à cause de l'humidité.

Alors afin d'étudier la conformité de la marchandise stockée, les causes et les effets de ce problème ; on a effectué des analyses d'humidité, teneur en azote et granulométrie pour le produit qui était stocké au niveau de l'entrepôt de l'unité 70-II dans des sacs en polypropylène tressés big bag non doublés et repartis en quatre lots distincts, en passant par les étapes suivantes :

-Un contrôle visuel et état du produit (CAN27% en big bags) stocké.

-Echantillonnage désignation du produit par lot.

-Des analyses pour chaque lot.

-Les causes du colmatage

Et en fin on a proposé des recommandations pour régler et traiter ces problèmes.

VI.6.2. Contrôle visuel et état de la marchandise

Constatation d'une quantité de 100 tonnes du produit fini (CAN27) qui est stocké au niveau de l'entrepôt de l'unité 70-II dans des big bags non doublés. Le poids des big bags varie de 1.2 à 1.5 MT, les lots analysés ont été identifiés comme suit **(voir tableau 7.page 72).**

IV.6.3. Echantillonnage de stockage de l'usine FERTIAL

Les échantillons ont été prélevés du lot de 100 tonnes à partir de big bags choisis au hasard, seul le produit accessible manuellement a été prélevé après élimination de la croute formé à la surface des sacs.

Chaque lot a été échantillonné séparément. Les échantillons ainsi prélevés de chacun des lots ont été mélangés en un échantillon moyen composite et réduit en échantillon de 2 Kg.

Les échantillons finaux obtenus ont été analysés au niveau du laboratoire de Fertial (Arzew).

IV.6.4. Désignation du lot

Produit : CAN27

Quantité : 100 tonnes.

Conditionnement : produit conditionné en big bags en polypropylène non doublés.

Lieu d'inspection : Fertial Arzew/ Entrepôt unité 70 II.

Date d'inspection : 30/03/2014

Lot A : production du mois de janvier 2014 selon les inspections relevées sur les sacs.

Les big bags sont stockés sur deux niveaux que nous avons identifiés comme suit :

Lot A1 : Produit stocké au niveau inférieur dans les big bags de 1.5 MT à même le sol.

Lot A2 : produit stocké au niveau supérieur et conditionné dans des big bags de 1.5 MT.

On a constaté une forte prise en masse (mottage) du produit à l'intérieur des sacs et spécialement au niveau des parois (les big bags n'étaient pas doublés de sacs en plastique), avec une formation d'une croute dure de particules fines à la surface dans certains sacs.

Lot B : production du même mois selon les inspections relevées sur les sacs. Le produit a été recyclé (passé à la cribleuse) au mois de février pour éliminer les particules fines.

Produit fortement motté au niveau des parois, stocké dans des big bags à seul plis (sans sac en plastique à l'intérieur), une croute de particules fines c'est formée à la surface du produit, au milieu des sacs se trouve un aspect fluide.

Lot C+D : production de fin de janvier 2014. Produit fortement motté même au centre des big bags, une croute de particules fines c'est formée à la surface du produit, importante présence de particules fines.

Lot E : Deux productions : la première partie produite au mois du décembre 2013 et la seconde en mois de janvier 2014.

Produit d'apparence saine, le milieu des sacs est fluide, on a toutefois constaté la prise en masse du produit au niveau des parois des sacs (big bags non doublés de sacs en plastique).

IV.6.5. Résultats d'analyse

Les résultats obtenus sont comme suit : **(voir tableau 7.page 72)**

paramètre	**unité**	**Lot A1**	**Lot A2**	**Lot B**	**Lot C+D**	**Lot E**
Humidité	% pds	1.05	1.03	1.29	1.36	1.14
PH		6.75	6.82	6.87	6.86	6.95
Densité		1.03	1.02	1.02	1.03	1.02
Teneur en azote	% pds	26.32	26.63	26.09	24.57	27.0
Granulométrie						
>**4.75**	% pds	0.35	0.68	0.25	0.0	1.56
>**3.36**	% pds	21.11	20.06	21.02	21.45	18.18
>**2.0**	% pds	69.84	71.34	71.09	64.32	72.68
>**1.0**	% pds	7.49	6.80	5.84	8.0	6.24
>**1.0**	% pds	1.21	1.12	1.80	6.23	1.34

Tableau 7 : Représente les paramètres analysés du produit fini stocké

D'après les analyses effectuées, on remarque que le taux de l'humidité est très élevés et les valeurs obtenues de même paramètre sont hors de la norme car le produit stocké est hétérogène, certaines des caractéristiques physico-chimiques analysées (humidité, teneur en azote et granulométrie) ne répondent pas aux spécifications d'un produit conforme. Conséquemment au type des sacs utilisés pour le conditionnement.

Anomalies

Une grande présence des gros et des fins conduit à un colmatage du produit stocké.

Le taux de l'humidité est très élevé, Il est nécessaire que le produit soit protégé de l'humidité et traiter pour minimiser le colmatage.

IV.6.6. Les causes du colmatage

- Mode de stockage, une partie des sacs stockés à même le sol.

- Sacs sans doublure en plastique à l'intérieur.

- La forte humidité du produit.

- Importante présence de particules fines dans le produit.

- L'entrée et la circulation des camions dans le hangar.

- Des fissures dans les toits des ateliers de stockage.

IV.6.7. Recommandations pour l'amélioration des conditions de stockage

-Utilisation des bigs bags avec doublure en plastique.

- Achat de tamis neuf pour cribleuse.

- Criblage du produit

- Stockage du produit en bigs bags sur des palettes en bois.

- Etablir une instruction de stockage du CAN27.

- Mise en place de conditionneur d'air pour contrôle de la température et d'humidité.

CONCLUSION

L'objectif principal de notre thèse consiste à contrôler, évaluer et améliorer la qualité du produit fini CAN27.

L'étude détaillé du processus et les analyses journalières effectuées au niveau du laboratoire ont montré plusieurs anomalies qui empêchent d'obtenir un produit conforme qui répond aux spécifications du design et satisfait les exigences des clients.

D'après notre étude, bien que tous les paramètres soient dans la norme on obtient un produit fini de très bonne qualité, alors afin de réaliser cela, il est recommandé de :

-Contrôler tous les paramètres durant les étapes de la production

-Vérifier les débits et assurer la fermeture des vannes

-Contrôler le taux de l'humidité pendant la production

-Améliorer les conditions du stockage par :

- Séparation des espaces.
- Mise en place de conditionneur d'air pour contrôle de la température et d'humidité.
- Mise en place bande de convoyage produit.
- Arrêt de l'entrée des camions à l'intérieur de la zone.
- Amélioration de l'étanchéité de la toiture.
- Contrôle périodique des conditions de stockage par check-list.

Dédicaces

Avant tout je remercie le bon dieu ALLAH le tout puissant de m'avoir éclairé les chemins du savoir et de la sagesse, et de m'avoir donné le courage pour terminer ce travail

Je dédie ce modeste travail d'abord :

A mes chers parents qui ont su m'aimer ; m'épauler et m'orienter vers l'aboutissement de mes études.

Sans eux rien ne serait réalisé .Je les remercie pour leur soutien moral, le grand amour porté à mon égard que dieu leur donne Santé et longue vie

A mes chères sœurs « Souad, Ilham, nour el houda »

A mon cher frère Abdallah

A mes chers Grands -parents et à toute ma famille

A mes meilleurs amies Hanna ; Fatiha ; et à toute mes amies

A tous ceux qui ont participé de près ou de loin à l'achèvement de ce travail



BENMESSAOUD

HANANE

[Tapez une citation prise dans le document, ou la synthèse d'un passage intéressant. Vous pouvez placer la zone de texte n'importe où dans le document et modifier sa mise en forme à l'aide de l'onglet Outils de dessin.]



Avant tout je tiens à remercier le bon dieu « Allah » le tout puissant de m'avoir éclairé les chemins du savoir, de la sagesse et de m'avoir aidé, donné le courage à terminer mes études.

Je dédie ce projet de fin d'étude comme preuve d'amour et de reconnaissance, tout d'abord :

A mes très chers parents qui ont été toujours à mes côtés, qui ont veillé sur moi et ma réussite ; m'épaulé et m'orienté vers l'aboutissement de mes études, pour leur soutien moral, leurs sacrifices et le grand amour porté à mon égard

Merci pour tout l'effort fourni durant toutes ces années

A mes très chères sœurs : Chahrazed, Fatima Zohra,

Abla et Ikram

A mes très chers frères : Med amine, Ilyes Tedj Eddine

A mes meilleurs amis : Sarah, Meriem, Hanoune, Farah, Bahia, Halima, Yassine, Zohier et Ahmed

A tous mes proches qui sont aujourd'hui fières de moi, tout ce qui ont participé de près ou de loin à l'achèvement de ce travail

BRAHMI ASMA

Date	Heure	Azote	T	Azote total%	Azote ammon%	Ca(NO3)2%	Sulfate%	Dureté Kg/grain	CaO%	MgO%	H2O%	Densité Kg/dm	Huile Kg/t	PH	Granulométrie				
	09:00		35												>4,75mm	>3,35mm	>2,0mm	>1mm	<1mm
	10:10		32																
09/03/2014	11:00	13,54	32	27,37	13,62	0,79	0,49	3,31	6,13	**3,81**	0,16	1,03	0,27	7.1	0	9,62	87,45	2,69	0,24
	12:00		30																
	13:00		29																
	14:00		31																
	09:00		34																
	10:00		33																
10/03/2014	11:00	13,63	32	27,68	13,67	0,98	0,55	3,42	6,15	**3,79**	0,16	1,02	0,32	7.0	0	22,23	74,71	3,02	0,04
	12:00		33																
	13:00		31																
	14:00		35																
	09:00		30																
	10:00		32																
11/03/2014	11:00	13,68	31	27,34	13,73	0,65	0,46	2,60	6,64	**4,08**	0,15	1,02	0,38	6.98	0,1	14,62	83,6	1,66	0,02
	12:00		32																
	13:00		33																
	14:00		32																
	09:00		31																
	10:00		32																
12/03/2014	11:00	13,29	32	27,66	13,76	0,84	0,5	2,71	6,62	**4,05**	0,18	1,03	0,3	7.1	0	10,52	80,8	8,5	0,18
	12:00		32																
	13:00		32																
	14:00		33																
	09:00		32																
	10:00		30																
13/02/2014	11:00	13,56	30	26,72	13,30	0,75	0,5	2,81	6,58	**3,98**	0,14	1,01	0,42	6.97	0	14,37	82,26	3,2	0,17

	12:00		34																
	13:00		34																
	14:00		32																
	09:00		32																
	10:00		33																
16/03/2014	11:00	13,81	31	27,17	13,62	0,64	0,43	2,64	6,37	3,25	0,16	1,03	0,48	7.2	0	12,08	83,41	4,38	0,13
	12:00		30																
	13:00		32																
	14:00		32																
	09:00		33																
	10:00		34																
17/03/2014	11:00	12,75	32	27,3	13,57	0,98	0,52	3,35	6,14	3,78	0,16	1,02	0,27	7.1	0	19,41	57,12	4,91	0,56
	12:00		32																
	13:00		35																
	14:00		35																
	09:00		32																
	10:00		30																
18/03/2014	11:00	13,85	31	28,49	14,19	0,65	0,6	3,50	6,42	3,27	0,18	1,03	0,45	7.1	0	11,53	86,53	1,84	0,1
	12:00		32																
	13:00		31																
	14:00		32																
	09:00		32																
	10:00		30																
19/03/2014	11:00	13,4	32	27,88	13,88	0,72	0,65	3,80	6,39	3,24	0,19	1,04	0,32	7.0	0	13,46	84,57	1,8	0,17
	12:00		32																
	13:00		33																
	14:00		32																
	09:00		31																
	10:00		33																

20/03/2014	11:00	13,3	32	26,35	13,11	0,77	0,65	3,21	6,85	3,28	0,18	1,06	0,44	7.0	0	18,82	77,3	2,78	1,1
	12:00		34																
	13:00		30																
	14:00		28																
	09:00		32																
	10:00		31																
23/03/2014	11:00	13,5	31	27,26	13,70	0,26	0,48	2,61	6,27	3,41	0,24	1,02	2,4	7.1	0	19,95	76,21	3,58	0,26
	12:00		32																
	13:00		30																
	14:00		32																
	09:00		33																
	10:00		33																
24/03/2014	11:00	13,25	32	26,45	13,27	0,65	0,51	3,20	6,41	3,63	0,19	0,96	0,53	6.90	0	15,2	80,08	4,72	0,18
	12:00		32																
	13:00		32																
	14:00		31																
	09:00		33																
	10:00		32																
25/03/2014	11:00	13,53	30	27,21	13,64	0,58	0,4	2,96	6,35	3,48	0,2	1,03	0,51	6.92	0	24,87	72,18	2,82	0,13
	12:00		31																
	13:00		30																
	14:00		31																
	09:00		31																
	10:00		32																
26/03/2014	11:00	13,36	32	26,73	13,40	0,62	0,43	2,73	6,12	**3,81**	0,22	1,03	2,54	7.2	0	22	75,33	2,36	0,11
	12:00		33																
	13:00		30																
	14:00		30																
	09:00		31																

	10:00		32																
27/02/2014	11:00	**14,7**	32	**28,39**	**14,3**	0,73	0,93	3,60	**5,74**	3,41	0,11	1,03	3,18	7.0	0	15,54	79,14	5,02	0,3
	12:00		30																
	13:00		33																
	14:00		33																

Tableau 2 : Suivi d'analyses physico-chimiques des paramètres du produit fini CAN27 % à la sortie de l'unité de production.

GLOSSAIRE ET ABREVIATIONS

- **SONATRACH :** Société National de Transport et Commercialisation des Hydrocarbures.
- **Villar-Mir :** le groupe espagnol qui a racheté le complexe Asmidal.
- **TM :** Tonne métrique.
- **GNL :** Gaz Naturel Liquéfié.
- **GPL :** Gaz Pétrolé Liquéfié.
- **IAP :** Institut Algérien de Pétrole.
- **U80 :** Unité 80 de stockage.
- **CPG :** Chromatographie en Phase Gazeuse.
- **ARI :** Appareil respiratoire isolant utilisé dans les ambiances toxiques pour assurer une protection respiratoire et oculaire.
- **ISO :** International Organisation System.
- **OHSAS 18001 :** Occupationel Health and Safety Assessment Series 18001.
- **IFA :** International Fertilizers Association
- **AFA :** Arab Fertilizers Associations.
- **EFQM :** European Fondation for Quality Management.
- **Wood group :** Société par action 55% Wood group et 45 % ASMIDAL.
- **Kellogg :** entreprise américaine spécialisée dans l'agroalimentaire.
- **pH :** potentiel Hydrogène.

INTRODUCTION GENERALE

Les plantes ont besoin du CO_2, d'eau et d'une série de cations et d'anions inorganiques.

Ces substances contiennent généralement les éléments suivants : K, P, N, Ca, Mg, Fe, Si, Na et d'autres espèces tels que le zinc et le manganèse qui sont des oligo-éléments nutritifs nécessaires à la croissance des plantes. Néanmoins, les éléments les plus indispensables au développement des plantes sont : l'azote, le phosphore et le potassium dont les proportions N/P/K sont bien déterminées sur l'étiquette d'engrais.

Par ailleurs, les engrais minéraux, liquides, poudres ou granulés représentent un amendement inorganique très utile pour maintenir et accroitre la fertilité des sols. Ils sont classés suivant leur solubilité dans l'eau ; à base d'azote et de potassium qui sont à la fois facilement assimilés par les plantes et lavés à l'eau contenue dans le sol, et les engrais qui sont à base de phosphore soluble dans l'acide du sol.

La synthèse du l'acide nitrique à partir de l'ammoniac sert à la fabrication de nombreux engrais dont le plus important est le nitrate d'ammonium (NH_4NO_3).

Les engrais sont des substances destinés à apporter aux plantes des compléments d'éléments nutritifs. Ils furent utilisés dès l'antiquité, on ajoutait au sol les phosphates des os (calcinés on non), l'azote des déjections animales et humaines ainsi que le potassium des cendres.

FERTIAL est l'une des grandes usines exportatrices de l'ammoniac, elle utilise le gaz naturel, l'eau de mer et l'air atmosphérique comme matières premières pour la production de l'ammoniac dans des conditions et des paramètres industrielles adéquats ainsi que la fabrication des engrais azotés (nitrate d'ammonium), les utilités, et l'acide nitrique.

Le complexe FERTIAL présente actuellement un problème sérieux de non-conformité des produits finis en composés azotés.

A cet égard, l'objectivité du complexe FERTIAL est de chercher les causes afin de retrouver la qualité exigée de ses produits finis. Ceci sera obtenu en effectuant plusieurs étapes à savoir : contrôler, analyser les matières premières brutes et les additifs utilisés et surveiller tous les paramètres tout au long de la production ainsi que l'amélioration et le respect des conditions de stockage.

Nous avons effectué un stage pratique de 40 jours au niveau du complexe d'engrais azotés d'Arzew FERTIAL dans le but de participer à différentes taches quotidiennes, contrôler, analyser et faire un suivi de tous les étapes de la production afin d'améliorer la qualité des engrais azotés en prenant comme référence les fiches de spécifications (les normes des exigences du design).

L'ensemble des travaux présentés dans notre mémoire se résume en quatre chapitres :

- Le premier chapitre est réservé à la présentation du complexe FERTIAL.
- Le deuxième chapitre englobe des généralités sur les engrais.
- Le troisième chapitre est consacré aux nitrates d'ammonium et leurs propriétés étant donné que c'est le composé clé de la production.
- Le quatrième chapitre comportera les analyses effectuées au niveau de laboratoire du produit fini CAN27% à la sortie de l'unité de fabrication et des ateliers de stockage et aussi des observations et des recommandations.

Une conclusion générale ainsi qu'une série de recommandations sera donnée afin de clore notre mémoire.

Chapitre I : Preséntation du complexe FERTIAL



Chapitre II : Généralités sur les engrais



Chapitre III :   Nitrate d’ammonium





Chapitre IV: Les analyses physico- chimiques de CAN 27%



LISTE DES APPELLATIONS

B 3206 : Le ballon.

C 3103 A/B : neutraliseur A/B.

E-3101 A/B : concentrateur.

E 3206 : échangeur.

E 3204 : évaporateur d'ammoniac.

T : bac tampon.

31 C07 : laveur.

31 D04 : l'homogénéisateur.

31 K04 : l'agitateur

31 K06 : l'émotteur.

31 K-07 : broyeur.

21 K-16 : ventilateur.

Y M-3201A : l'élévateur à godet.

Y-3201A : bande transporteuse.

Y-3208A : tambour refroidisseur.

Y-3212A : tamis vibreur.

Y-3210 : tambour d'enrobage.





République Algérienne Démocratique et populaire

Ministère de l'enseignement supérieur

et de la recherche scientifique

UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE D'ORAN

MB-USTO-

Faculté des sciences

Département de chimie-physique

Mémoire de fin d'étude pour l'obtention du diplôme de MASTER

Option : contrôle et qualité

THEME :

Contrôle et amélioration de la qualité du produit fini fabriqué au niveau du complexe FERTIAL d'Arzew

Nitrate d'Ammonium Calcique (CAN27%)

Présenté par :

- Melle BRAHMI ASMA
- Melle BENMESSAOUD HANANE

Encadrée par :

Mme SALADJI USTO

Mme MECHMOUM .KH. FERTIAL

Soutenu en juin 2014 devant les jurys

Mme HADJ.AEK Mme BELLAL.S

Année universitaire : 2013 / 2014

POSITION DU PROBLEME

L'objectif de nos travaux est de contrôler, évaluer et améliorer la qualité du produit fini (engrais azotés) qui pose actuellement un grand problème pour le complexe FERTIAL, on parle sur tout du colmatage.

Pour bien mener notre travail, nous avons concentré nos efforts sur les paramètres et les conditions qui permettent d'obtenir un produit conforme de bonne qualité qui répond aux spécifications et satisfait les exigences des clients, en étudiant l'origine ainsi que les causes des anomalies afin de les résoudre pour assurer une production de qualité.

Des analyses qualitatives et quantitatives ont été effectuées par des méthodes physico-chimiques au sein du laboratoire de contrôle et qualité au complexe d'Arzew FERTIEL, dont les résultats obtenus sont certifiés par la norme ISO 9001 sur des échantillons prisent de l'unité de production et du stockage.

Cette étude nous a amenés à proposer des recommandations à la fin.

Références bibliographiques

[1] : Document interne de la direction technique de FERTIAL d'Arzew.

[2] : Manuel général de la description du complexe FERTIAL.

[3] : Document interne de la direction technique. Description du laboratoire de FERTIAL d'Arzew.

[4] : Manuel de management de la qualité (FERTIAL).

[5] : http://www.linternaute.com/dictionnaire/fr/définition/qualité-ohsas-18001/

[6] : http:// www.prévention-consultans.fr/lexique/ohsas-c29.html.

[7] : http/www.actuenvironnement.com/ae/…/définition/norme_iso_14001_ph.

[8] : fr.wikipedia.org/wiki/Engrais.

[9] : engrais. comprendre choisir.com/comprendre/engrais-chimique.

[10] : www.jardinier-autrement.fr>prévenir >nourrir le sol et les plantes.

[11] : Documentation de direction technique du nitrate d'ammonium.

[12] : Technique d'ingénieur-synthèse du nitrate d'ammonium.

[13] : fr.wikipedia .nitrate d'ammonium/…./définition/propriétés/

[14] : Document interne de l'unité de production du CAN27 de l'usine de FERTIAL.

[15] : Manuel opératoire du complexe FERTIAL. Identification du produit fini CAN27

(Les propriétés physico-chimiques et les dangers).

[16] : Relevé des fiches de spécifications-service technique du complexe FERTIAL.

[17] : Manuel opératoire de l'usine FERTIAL. Description du procédé de fabrication du CAN27.

[18] : Manuel des analyses du laboratoire FERTIAL d'Arzew.

[19] : Guide du laboratoire de FERTIAL des différents appareils.

REMERCIEMENTS

Louange à dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé, la force et la possibilité de continuer nos études et de réaliser ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer notre gratitude à Mme SELADJI pour l'effort fourni, les conseils prodigués, sa patience et sa persévérance.

Nous la remercions aussi d'avoir suivi, guidé et de nous faire soutenir ce modeste travail.

Nous adressons nos vifs remerciements également aux membres de jury pour l'honneur qu'ils nous ont fait d'avoir accepter d'examiner et d'évaluer ce travail.

Nous tenons à exprimer en particulier notre profonde reconnaissance et notre hommage à Mme MECHMOUM KHADIDJA Co-encadreur au complexe FERTIAL d'Arzew ainsi que Mr LARBI MOHAMMED RAFIK pour leurs générosités et la grande patience dont ils ont su faire preuve malgré leur charge professionnelle.

Sans oublier nos gratitudes à toutes les équipes du service laboratoire du FERTIAL pour l'aide qui nous ont apporté.

Nous adressons également nos remerciements les plus distingués à notre chef de parcours contrôle& qualité Mr BENOUALI.D

Enfin nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères aux personnes qui nous ont apportées leur aide et qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire.

ASMA & HANANE

SOMMAIRE

Chapitre III : Nitrate d'ammonium

Chapitre IV : Les analyses physico- chimique de nitrate d'ammonium calcique